

Univerzita Karlova v Praze  
Matematicko-fyzikální fakulta

# DIPLOMOVÁ PRÁCE



Bc. Milan Pračko

## Ionizační metody měření vakua

Katedra fyziky povrchů a plazmatu

Vedoucí diplomové práce: RNDr. Tomáš Gronych, CSc.

Studijní program: Fyzika

Studijní obor: Fyzika povrchů a ionizovaných prostředí

Praha 2013

Ďakujem za vynikajúce odborné vedenie a neoceniteľné rady RNDr. Tomášovi Gronychovi, CSc., RNDr. Martinovi Jeřábovi, Ph.D., RNDr. Ladislavovi Peksovi, CSc. a Doc. RNDr. Petru Řepovi, CSc.. Ďalej, chcem poďakovať za dlhodobú podporu Bc. Jozefovi Knausovi a môjmu otcovi Milanovi Pračkovi.

Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci vypracoval samostatně a výhradně s použitím citovaných pramenů, literatury a dalších odborných zdrojů.

Beru na vědomí, že se na moji práci vztahují práva a povinnosti vyplývající ze zákona č. 121/2000 Sb., autorského zákona v platném znění, zejména skutečnost, že Univerzita Karlova v Praze má právo na uzavření licenční smlouvy o užití této práce jako školního díla podle § 60 odst. 1 autorského zákona.

V ..... dne.....

podpis.....

Název práce: Ionizační metody měření vakua

Autor: Bc. Milan Pračko

Katedra: Katedra fyziky povrchů a plazmatu

Vedoucí diplomové práce: RNDr. Tomáš Gronych, CSc., Katedra fyziky povrchů a plazmatu

**Abstrakt:**

Diplomová práce se zabývá problematikou měření tlaku vakuových systémů s tlakem menším jak  $10^{-6}$  Pa. I přesto, že většina základních konstrukcí vakuometrů pro tyto tlaky už byla vyvinutá počátkem 60. let minulého století, stále se objevují nové konstrukce, nebo modifikace. Jednou z nich je i ionizační vakuometr 3BG (Bent Belt-Beam gauge). Experimentálním ověřením charakteristik úplně nové konstrukce vakuometru 3BG a teoretickým rozбором chování nabitých částic v geometrii 3BG, pomocí počítačové simulace, se ověří predispozice 3BG pro měření tlaků menších jak  $10^{-6}$  Pa. Experimentální určení nejpříznivějších parametrů pro činnost 3BG vakuometru, poslouží na dosažení maximální citlivosti při co nejnižším zatížení katody.

**Klíčová slova:** ionizační vakuometr, ultra vysoké vakuum, UHV, Bent belt-beam gauge, 3BG

**Title:** Ionization methods of vacuum measurement

**Author:** Bc. Milan Pračko

**Department:** Department of Surface and Plasma Science

**Supervisor:** RNDr. Tomáš Gronych, CSc., Department of Surface and Plasma Science

**Abstract:**

The Diploma thesis concerns with problems of measurement pressure of vacuum systems, with pressure lower than  $10^{-6}$  Pa. Although most of the basic constructions of vacuum gauge for these levels of pressure was developed in the beginning of 1960s, the new constructions and modifications are still appearing. Ionization vacuum gauge 3BG (Bent Belt-Beam gauge) is one of them. Predisposition of 3BG for measurement of pressure lower than  $10^{-6}$  Pa is verified by means of experimental verifying of characteristics of the brand new construction of vacuum gauge 3BG and by theoretical description of behaviour of the electrons in geometry 3BG, using computer simulation. Experimental specification of the most favourable parameters for operation of vacuum gauge 3BG is used for reaching maximal sensitivity with the cathode load at the lowest possible level.

**Keywords:** hot ionization vacuum gauge, ultra high vacuum, UHV, Bent Belt-Beam gauge, 3BG

Názov práce: Ionizační metody měření vakua

Autor: Bc. Milan Pračko

Katedra: Katedra Fyziky povrchů a plazmatu

Vedúci diplomovej práce: RNDr. Tomáš Gronych, CSc., Katedra fyziky povrchů a plazmatu

Abstrakt:

Diplomová práca sa zaoberá problematikou merania tlaku vákuových systémov, s tlakom menším ako  $10^{-6}$  Pa. Hoci väčšina základných konštrukcií vákuometrov pre tieto tlaky už bola vyvinutá počiatkom 60. rokov minulého storočia, stále sa objavujú nové konštrukcie, či modifikácie. Jednou z nich je aj ionizačný vákuometer 3BG (Bent Belt-Beam gauge). Experimentálnym overením charakteristík úplne novej konštrukcie vákuometra 3BG a teoretickým rozborom správania nabitých častíc v geometrii 3BG, pomocou počítačovej simulácie, sa overia predispozície 3BG pre meranie tlakov menších ako  $10^{-6}$  Pa. Experimentálne určenie najpriaznivejších parametrov pre činnosť 3BG vákuometra, poslúži na dosiahnutie maximálnej citlivosti, pri čo najnižšom zaťažení katódy.

Kľúčové slova: ionizačný vákuometer, ultra vysoké vákuum, UHV, Bent belt-beam gauge, 3BG

# Obsah

A. Úvod .....	8
B. Teoretická časť .....	9
1. Ionizačné vákuometre .....	9
1.1. Meranie tlaku v UHV a XHV .....	9
1.2. Princíp činnosti ionizačných vákuometrov s horúcou katódou.....	10
2. Citlivosť ionizačného vákuometra .....	11
2.1. Fyzikálny model ionizačných vákuometrov .....	11
2.2. Závislosť kolektorového prúdu na tlaku plynu .....	14
2.3. Závislosť kolektorového prúdu na druhu plynu .....	15
3. Limitujúce faktory merania nízkych tlakov .....	16
3.1. Parazitné prúdy .....	16
3.2. Röntgenová hranica .....	17
3.4. Elektrónovo stimulovaná desorpcia a plynenie.....	19
4. Elektródy .....	20
5. Princíp 3BG.....	22
5.1. Úvod.....	22
5.2. Röntgenová hranica 3BG .....	23
5.3. Elektrónovo stimulovaná desorpcia 3BG .....	24
5.4. Plynenie 3BG .....	25
5.5. Operačné charakteristiky 3BG .....	26
C. Experimentálna časť .....	29
6. Ciele diplomovej práce .....	29
7. Vákuový systém.....	30
8. Schéma elektrického zapojenia.....	32
9. Regulácia emisného prúdu.....	34
10. Systém nastavovania potenciálov .....	35
11. Programové riadenie .....	37
12. Simulácia.....	38

D. Vyhodnotenie .....	39
13. Simulácia 3BG .....	39
13.1 Rozloženie intenzity elektrického poľa.....	39
13.2. Trajektória častíc.....	41
14. Namerané výsledky .....	44
14.1. Kalibrovanie UHV24 .....	44
14.2. Prechodné javy a nastavenie deflektora .....	45
14.3. Nominálne hodnoty potenciálov .....	46
14.4. Výsledky pre medzný tlak aparatury .....	48
14.5. Výsledky pre rôzne tlaky dusíka .....	49
E. Záver .....	52
F. Zoznam literatúry .....	54

## A. Úvod

V oboru tlakov menších ako  $10^{-6}$  Pa sú jediné možnosti pre meranie hodnoty tlaku ionizačné metódy, kde k ionizácii častíc plynu dochádza pôsobením elektrónov s vhodnou energiou. Optimálne parametre ionizácie sú docielené rôznou konfiguráciou elektród, podľa ktorých rozlišujeme niekoľko typov ionizačných vákuometrov.

Údaj tlaku sa získava z nameraného prúdu ionizovaných molekúl pomocou kalibrácie vákuometra. Pričom, napriek snahe o najväčší rozsah merania smerom k nižším tlakom, majú ionizačné vákuometre obmedzenie v podobe dolnej hranice meraného tlaku, spôsobené parazitným javmi. Tvorcovia ionizačných vákuometrov sa snažia svojou špecifickou konštrukciou, či inými vylepšeniami potlačiť parazitné javy a získať, čo najmenšiu dolnú hranicu, preto existuje celá škála typov a modifikácií ionizačných vákuometrov.

V nedávnej dobe sa objavil pomerne originálny ionizačný vákuometer, potlačujúci svojou vlastnou konštrukciou, usporiadaním elektród, tieto parazitné javy. Navyše je vyrobený z materiálu, ktorý má nízky stupeň plynenia, čo menej ovplyvňuje samotný vákuový systém, rovnako i údaj vákuometra. Ďalšou výhodou je jeho robustná konštrukcia, ktorá zabezpečuje odolnosť proti mechanickým poškodeniam. Označuje sa z anglického názvu „Bent Belt Beam Gauge“ skratkou 3BG.

Predpokladom použitia vákuometra do oboru XHV<sup>1</sup> je jeho výrobcom udávaná dolná hranica meraného tlaku  $5,4 \times 10^{-12}$  Pa.

Z týchto dôvodov, sme sa na Katedre fyziky povrchů a plazmatu rozhodli overiť charakteristiky 3BG vákuometra. Aby sa tieto merania mohli uskutočniť, je potrebné sa presvedčiť, či pracovné parametre pre 3BG, udané výrobcom, sú zvolené optimálne.

Merania uskutočnené v tejto diplomovej práci sú prvým krokom, kde by sa mali tieto parametre overiť, či spresniť a súčasne sú prvým krokom, kde by sa stanovila citlivosť tohto vákuometra.

Výsledok by vypovedal, či je tento vákuometer potencionálne použiteľný, ako sekundárny štandard vákua, hlavne v obore UHV<sup>2</sup>.

---

<sup>1</sup> Z angl. originálu „Extreme High Vacuum“ tlak  $< 10^{-10}$  Pa

<sup>2</sup> Z angl. originálu „Ultra High Vacuum“ tlak  $= 10^{-6}$  Pa až  $10^{-10}$  Pa



## B. Teoretická časť

### 1. Ionizačné vákuometre

#### 1.1. Meranie tlaku v UHV a XHV

Tlak, ako veličina je viazaná na súradnice v systéme, a zároveň pri bežnom užívaní pojmu tlak, sa mieni tlak v termodynamickom rovnovážnom systéme. Pri tlakoch v oblasti UHV a XHV je výhodnejšie, pri fyzikálnom opise systému, využiť namiesto veličiny tlak – opis systému pomocou koncentrácie molekúl plynu. V bežnej praxi sa ale zaužívalo používať označenie „meranie tlaku plynu“ a nie „meranie koncentrácie plynu“, preto sa v ďalšom texte nebudú rozlišovať tieto pojmy.

V histórii fyziky vákua sa vyskytujú rôzne spôsoby merania a získavania vákua. Jediné doteraz známe a využívané typy vákuometrov schopné merať v tomto obore tlakov, UHV a XHV, sú ionizačné vákuometre.

Ionizačné vákuometre pracujú na princípe ionizácie molekúl plynu, pričom meraný elektrický prúd iónov plynu je závislý na koncentrácií molekúl, pričom táto veličina je cez stavovú rovnicu plynu zviazaná s tlakom. Ionizačné vákuometre určujú koncentráciu molekúl meraného plynu v meranom mieste vákuového systému, preto zo znalosti prevedenia vákuového systému a nameranej hodnoty tlaku vákuometrom sa dá predpokladať, tlak, v ostaných častiach aparatury. Pre jednoduché systémy v termodynamickovej rovnováhe sa uvažuje, že vo všetkých častiach aparatury sa tlak približne rovná nameranému tlaku.

Podľa spôsobu ionizácie sa ionizačné vákuometre rozčleňujú na dva typy

- so studenou katódou,
- s horúcou katódou<sup>3</sup>.

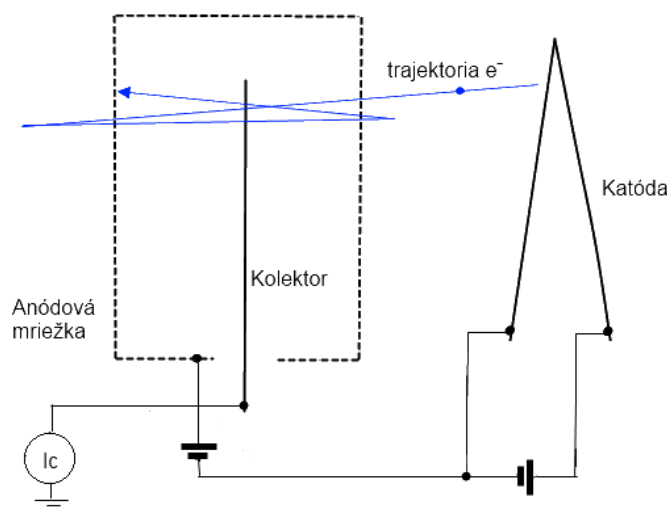
V tejto diplomovej práci sa zameriame na ionizačné vákuometre s horúcou katódou.

---

<sup>3</sup> Zaužíval sa aj názov „Ionizačné vákuometre so žeravenou katódou“

## 1.2. Princíp činnosti ionizačných vákuometrov s horúcou katódou

Na obr.1 je základná schéma ionizačného typu vákuometra so žeravenou katódou. Zo žeravej katódy sú emitované elektróny, a potenciálovým rozdielom medzi anódou a katódou sú elektróny urýchľované k mriežkovej anóde. Pri prechode elektrónu z katódy do ionizačného priestoru mriežky, buď elektrón dopadne priamo na mriežku, alebo nastáva jedno, až viacnásobný prechod elektrónu cez mriežku, až do zrážky s mriežkou anódy. Počas letu elektrónu prebiehajú zrážky s časticami plynu, pričom dochádza ku ionizácii, sekundárnej elektrónovej emisii, alebo ďalším interakciám častíc s elektrónom. Najväčšiu pravdepodobnosť vzniku má pár iónu a elektrónu z neutrálnej molekuly plynu.



Obr. 1 Schéma ionizačného typu vákuometra s horúcou katódou.

Vzniknuté ióny z ionizačnej oblasti anódovej mriežky sú urýchlené ku kolektoru potenciálovým rozdielom medzi anódou a kolektorom. Na kolektore sú zachytené a vytvárajú kladný prúd v obvode kolektora. Okrem iónov vzniknutých ionizáciou, môžu na kolektor dopadať ióny vytvorené inými fyzikálnymi mechanizmami, ktoré sa prejavia na meranom kolektorovom prúde. Tieto parazitné prúdy skresľujú výslednú hodnotu tlaku, preto ich eliminácií je venovaná veľká pozornosť.

## 2. Citlivosť ionizačného vákuometra

### 2.1. Fyzikálny model ionizačných vákuometrov

Na charakterizáciu ionizačných vákuometrov sa používa parameter citlivosť, ktorá vystihuje akosť ionizačného vákuometra. Na odvodenie citlivosti je potrebné určiť parametre, ktoré vplyvajú na počet iónov vytvorených v priestore anódy:

- koncentrácia neutrálnych molekúl plynu,
- množstvo ionizujúcich elektrónov,
- dĺžka trajektórie ionizujúcich elektrónov,
- zrážkový prierez molekúl.

Pomyselný valec, cez ktorý prechádzajú elektróny vymedzuje objem, v ktorom sa nachádzajú molekuly plynu. Počet molekúl  $N$  [-] vo valci je určený objemom valca - plochou prierezu valca  $A$  [m<sup>2</sup>] a dĺžkou trajektórie elektrónov  $L$  [m]

$$N = nLA, \quad (2.1)$$

kde  $n$  je koncentrácia plynu [m<sup>-3</sup>].

Koncentrácia plynu je závislá, iba od tlaku plynu  $p$  [Pa], pri predpoklade konštantnej teploty  $T$  [K]

$$n = \frac{p}{kT}, \quad (2.2)$$

kde  $k$  je Boltzmannová konštanta [JK<sup>-1</sup>].

Celkový prierez ionizácie  $A_\sigma$  [m<sup>2</sup>] od všetkých molekúl obsiahnutých vo valci, je suma ionizačných prierezov z každej molekuly  $\sigma_i$  [m<sup>2</sup>]

$$A_\sigma = N\sigma_i = nLA\sigma_i = \frac{p}{kT}LA\sigma_i. \quad (2.3)$$

Koeficient zúčastnených elektrónov  $N_-^*$  [-] na ionizácii určuje podiel prierezu valca a celkového prierezu ionizácie

$$N_-^* = \frac{A_\sigma}{A} = \frac{p}{kT}L\sigma_i. \quad (2.4)$$

Počet ionizácii molekúl určuje súčin koeficientu zúčastnených elektrónov na ionizácii a celkového množstva elektrónov  $N_-$  [ $s^{-1}$ ] prechádzajúcich valcom za jednotku času

$$N_+ = N_-^* N_- = \left( \frac{p}{kT} L \sigma_i \right) N_-, \quad (2.5)$$

kde  $N_+$  označuje počet iónov vytvorených za jednotku času s jednotkovým nábojom [ $s^{-1}$ ].

Rovnicu 2.5 je vhodné vyjadriť pomocou hustoty elektrického prúdu iónov  $i_+$  [ $Am^{-2}$ ],

$$i_+ = \left( \frac{p}{kT} L \sigma_i \right) q N_-, \quad (2.6)$$

pričom  $q$  [C] označuje elektrický náboj.

Do vzťahu 2.6 doplníme hustotu elektrického prúdu elektrónov  $i_-$  [ $Am^{-2}$ ]

$$i_- = q N_-. \quad (2.7)$$

Výsledný vzťah je lineárnou závislosťou iónového prúdu od elektrónového prúdu a tlaku

$$I_+ = p \frac{L \sigma_i}{kT} I_-. \quad (2.8)$$

Citlivosti<sup>4</sup> vákuometra  $S$  [ $Pa^{-1}$ ] zdefinujeme ako

$$S = \frac{L \sigma_i}{kT}, \quad (2.9a)$$

a následne pomocou vzťahu 2.8. vyjadríme

$$S = \frac{I_+}{p I_-}. \quad (2.9b)$$

Pomocou citlivosti určujeme vlastnosť vákuometra, jediným parametrom vyjadreným v jednotkách  $Pa^{-1}$  [1].

Iónový prúd zaznamenávame na kolektore, preto sa označuje ako kolektorový prúd  $I_C$ . Prúd elektrónov pochádzajúcich z emisie z katódy sa označuje ako emisný

---

<sup>4</sup> Vyskytuje sa aj značenie „konštanta vákuometra“  $K = S I_-$

prúd  $I_e$ . Výsledný vzťah pre získanie tlaku vyjadríme pomocou citlivosti vákuometra, kolektorového a emisného prúdu

$$p = \frac{\gamma I_c}{S I_e}. \quad (2.10)$$

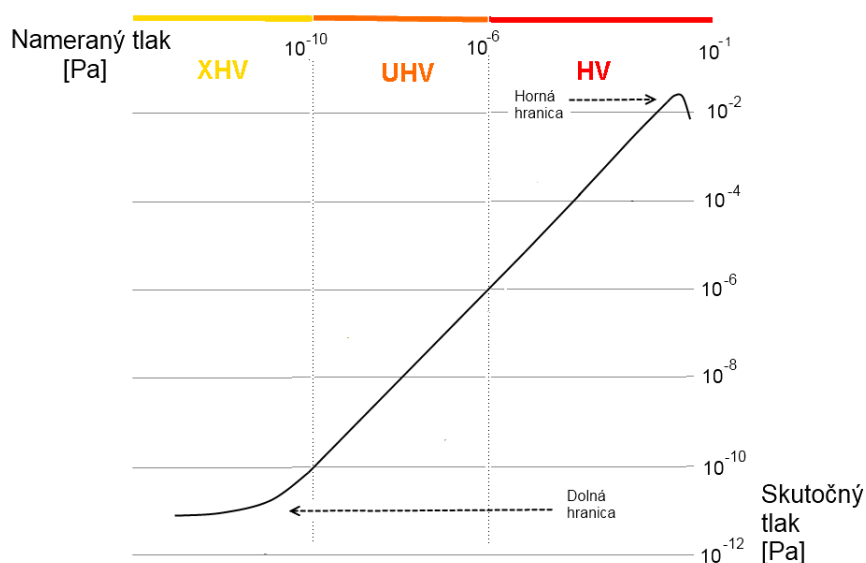
Koeficient  $\gamma$  [-] určuje odsávaciu schopnosť kolektora pre ióny, ktorá závisí od geometrie vákuometra. Je to pomer celkového množstva iónov a množstva, ktoré sa dostanú na kolektor.

Napriek jednoduchosti vzťahu 2.10 je prakticky veľmi ťažko riešiteľný, lebo na znalosť citlivosti potrebujeme znalosť elektrónových dráh, odsávaciu schopnosť kolektora a atď. Preto je potrebné určiť citlivosť empiricky, teda kalibráciou ionizačných vákuometrov.

Pri výpočtoch tlaku zo vzťahu 2.10, pri znalosti citlivosti sa uvažuje koeficient  $\gamma$  rovný jednej.

Závislosť kolektorového prúdu na zmenách teploty plynu odlišných od laboratórnej teploty  $\sim 293$  K je zanedbateľná [3].

## 2.2. Závislosť kolektorového prúdu na tlaku plynu



Obr. 2 Závislosť reálneho a meraného tlaku ionizačného vákuometra.<sup>5</sup>

Rovnosť nameraného a skutočného tlaku v aparátúre platí iba v určitom rozsahu tlakov. Hraničné tlaky, pri ktorých prestáva platiť rovnosť nameranej a skutočnej hodnoty tlaku, sa nazývajú dolnou a hornou hranicou ionizačného vákuometra, vid' obr. 2.

Pri meraní tlaku v okolí hornej hranice množstvo kladných iónov a viacnásobné neelastické zrážky s neutrálnymi molekulami, menia trajektóriu a energiu elektrónov. Pri narastaní tlaku, sekundárne elektróny vzniknuté vďaka ionizáciám, začínajú byť významnou časťou meraného emisného prúdu, hoci sa nepodieľajú na ďalšej ionizácii, čím prestáva platiť predpoklad odvedenia vzťahu 2.10.

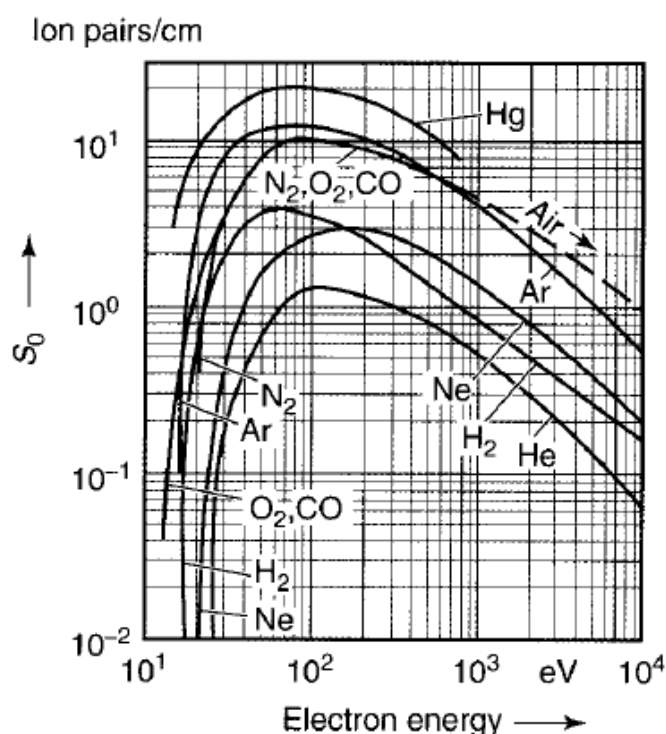
Pri dolnej hranici so znižovaním koncentrácie molekúl sa znižuje aj meraný kolektorový prúd a prejavujú sa fyzikálne i technické procesy pri vyšších tlakoch zanedbateľné. Vysvetlené budú v kapitole 3.

<sup>5</sup> Označenie na obrázku HV z angl. originálu „High Vacuum“ v preklade „Vysoké Vákuum“, interval tlakov  $10^{-1}$  až  $10^{-6}$  Pa.

### 2.3. Závislosť kolektorového prúdu na druhu plynu

Vo vzťahu 2.9a vystupuje zrážkový prierez molekúl  $\sigma_i$ , ktorého hodnota je závislá od energie elektrónov a druhu častice. Existuje minimálna energia potrebná k tomu, aby bola molekula ionizovaná elektrónom, ktorá sa nazýva ionizačný potenciál. Najefektívnejšia ionizácia nastáva pri energií elektrónov v rozsahu 50 až 150 eV.

Obr. 3 ukazuje závislosť ionizácie na energii elektrónov, pre rôzne druhy plynu. Vzťah 2.9a je závislý na meranom druhu plynu, preto na správne určenie hodnoty tlaku systému, je potrebné určiť druh meraného plynu. V praxi sa často vyskytuje situácia, keď nepoznáme zloženie zmesi plynu vákuového systému.



Obr. 3 Závislosť koeficientu diferenciálnej ionizácie  $S_0$  na energii elektrónov [2].

Pri meraní tlaku iných plynov sa používajú korekčné faktory [2], vzťahom

$$p = K_r p_x, \quad (2.11)$$

kde je  $K_r$  korekčný faktor [-], pričom jeho veľkosť súvisí s veľkosťou ionizačného prierezu a  $p_x$  [Pa] je nameraný tlak pri citlivosti odpovedajúcej druhu plynu, pri ktorom bol ionizačný vákuometer kalibrovaný, väčšinou dusík. Pri presnom meraní sa vyžaduje kalibrácia vákuometra, pre daný plyn.

Pri zmesi rozličných plynov sa využíva vzťah, pre korekčný faktor upravený podľa relatívneho zastúpenia jednotlivých zložiek  $\vartheta_i$  [-]

$$\frac{1}{K_r} = \sum_i \vartheta_i \frac{1}{K_{ri}} \quad (2.12)$$

Druh plynu	$K_r$	Druh plynu	$K_r$	Druh plynu	$K_r$
N <sub>2</sub>	1	Kr	0,59	vzduch	1,02
He	7,24	Xe	0,41	CH <sub>4</sub>	0,71
Ne	4,55	H <sub>2</sub>	2,49	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	0,37
Ar	0,85	O <sub>2</sub>	1,07	Olej. pary	0,1

Tab.1 korekčný faktor pre rôzne druhy plynov [2].

V tab. 1 sú uvedené približné korekčné faktory, s presnosťou okolo 10%. Korekčné faktory úzko súvisia s použitou ionizačnou energiou, ktorá však býva u rôznych výrobcov podobná. Výrobca môže dodať k jednotlivému ionizačným vákuometrom korekčné faktory, odpovedajúce použitým urýchľujúcim napätiam.

### 3. Limitujúce faktory merania nízkych tlakov

#### 3.1. Parazitné prúdy

Pri meraní tlakov smerom k menším hodnotám, vid' obr. 2 sa prejavujú pôvodne zanedbateľné fyzikálne a technické javy. Pri meraní kolektorového prúdu  $I_{c,mer}$  nameraná hodnota zahŕňa prúd iónov  $I_{c,skt}$  a zároveň parazitné prúdy  $I_{prz}$ , ktoré sú nezávislé na tlaku

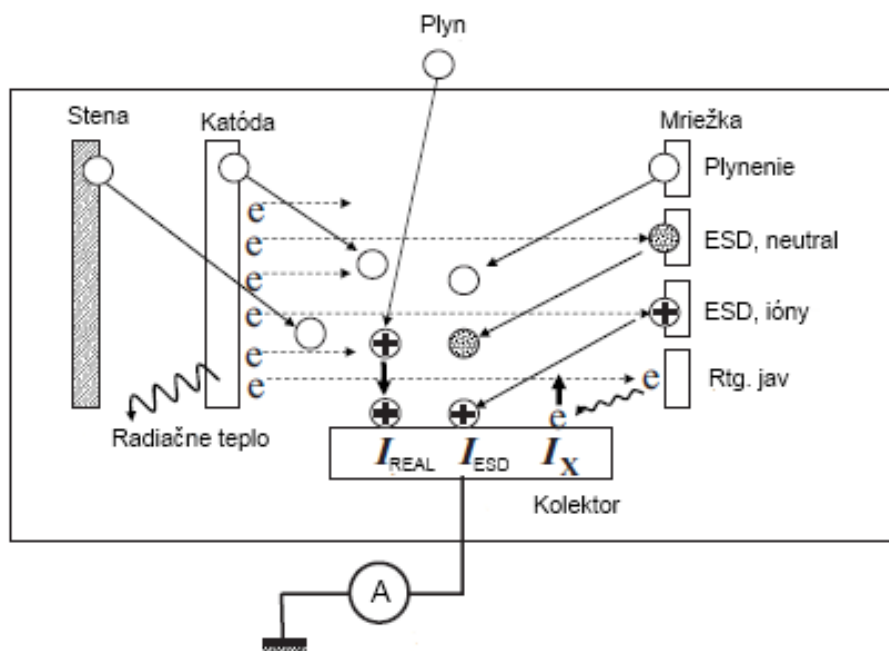
$$I_{c,mer} = I_{c,skt} + \sum_i I_{prz}. \quad (3.1)$$

Pri znižovaní tlaku v aparátúre až pod hranicu, keď parazitné prúdy sú význačnejšie ako iónový prúd, ionizačný vákuometer zaznamenáva konštantnú hodnotu kolektorového prúdu tzv. „dolnú hranicu“.



Parazitné prúdy majú tri hlavné príčiny, vid' obr. 4:

- röntgenovo indukovaná fotoemisía elektrónov z kolektora,
- elektrónovo stimulovaná desorpcia,
  - desorpcia neutrálnych molekúl,
  - desorpcia iónov,
- plynenie materiálu vákuometra.



Obr. 4 Parazitne javy v ionizačnom vákuometri [5].

### 3.2. Röntgenová hranica

Pri dopade elektrónov z katódy na anódu je emitované elektromagnetické žiarenie v mäkkej röntgenovej oblasti. Žiarenie pri dopade na povrch kolektora zapríčiňuje uvoľnenie elektrónu fotoelektrickým efektom. Uvoľňovanie elektrónov spôsobuje prúd na kolektore  $I_x$  [A], ktorý sa javí ako prúd spôsobený dopadom iónov na kolektor. Tlak odpovedajúci tomuto parazitnému prúdu  $I_x$  sa nazýva „Röntgenová hranica“.

Každý typ ionizačného vákuometra má svoju typickú hodnotu röntgenovej hranice

$$p_x = \frac{I_x}{SI_e}. \quad (3.2)$$

Z historického pohľadu, sa ako prvý ionizačný vákuometer začal používať tzv. „triódový vákuometer“, ktorý mal katódu uprostred mriežkovej anódy, celej obklopenej valcovým kolektorom. Pri emitovaní röntgenového žiarenia z anódy takmer všetko žiarenie dopadalo na kolektor. Z toho vyplývala vysoká röntgenová hranica  $10^{-6}$  Pa triódového vákuometra. Pri znižovaní tlaku v aparátúre pod hranicu  $10^{-6}$  Pa, vákuometer meral konštantnú hodnotu tlaku.

Jedno z možných riešení vysokej röntgenovej hranice spočíva v zmenšení plochy kolektora, na ktorú dopadá röntgenové žiarenie a tým aj zmenšenie röntgenovej hranice. V roku 1948 bolo R. Bayardom a D. Alpertom navrhnuté nové konštrukčné vyhotovenie ionizačného vákuometra, ktoré spočívalo v umiestnení kolektoru uprostred anódovej mriežky a zvonku umiestnenej katódy. Kolektor predstavoval tenký drôt malého priemeru. Toto riešenie sa nazýva Bayard-Alpertov<sup>6</sup> typ ionizačného vákuometra a s postupnými vylepšeniami sa úspešne používa do súčasnosti, vid' obr.1.

Zmenšenie plochy kolektoru zmenšovaním priemeru kolektoru, alebo skrátením dĺžky kolektoru, vedie k zníženiu röntgenovej hranice, na druhej strane však k zmenšeniu mechanickej odolnosti a menšej odsávacej účinnosti iónov. Typicky sa používa priemer kolektorového drôtu 0.25 mm, ktorý má dostatočnú mechanickú odolnosť a odsávaciu schopnosť iónov pri dostatočne nízkej röntgenovej hranici.

Ďalším faktorom je geometrické usporiadanie elektród. Zakrytie kolektoru od anódovej mriežky tak, aby priamočiare šíriace sa röntgenové lúče nemohli dopadať na kolektor. Príkladom je Helmerov typ ionizačného vákuometra, ktorý využíva deflektor na dopravenie iónov z mriežkovej oblasti, až ku krytému kolektoru.

---

<sup>6</sup> Zaužívala sa aj skratka „BA“ typ vákuometra

### 3.4. Elektrónovo stimulovaná desorpcia a plynenie

Priamym dôsledkom dopadu elektrónov na anódu, je uvoľňovanie častíc – molekúl, iónov a fragmentov z povrchu mriežky. Tento jav sa označuje ako elektrónovo stimulovaná desorpcia, ďalej označovaná skratkou „ESD“.

Uvoľnené ióny následne môžu dopadať na kolektor, čím spôsobujú zvýšenie meraného prúdu na kolektore. Uvoľnené neutrálne atómy a molekuly spôsobujú zväčšovanie tlaku hlavne v oblasti vákuometra a následne po ionizácii v ionizačnom priestore anódovej mriežky, spôsobujú ďalší parazitný kolektorový prúd. Typicky sa uvoľňuje voda a CO, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>.

ESD závisí od materiálu anódovej mriežky, energie elektrónov dopadajúcich na mriežku, od veľkosti kolektoru a jeho odsávacej účinnosti pre ESD ióny a od histórie procesov v aparátúre. Na zníženie ESD efektu a plynenia z materiálu mriežky, sa využíva čistenie mriežky od adsorbovaných atómov a molekúl, tzv. odplynovanie. Odplynovanie ionizačného vákuometra elektrónovým bombardom, spočíva v dopade elektrónov s dostatočnou energiou, pričom dochádza k desorpcii a hlavne k termodesorpcii spôsobenej zahriatím anódovej mriežky. Pri bombarde sa zvýši prúd elektrónov na anódu a zároveň urýchľovací potenciál medzi anódovou mriežkou a katódou. Po ukončení procesu odplynovania sa zníži efekt ESD, ale stále pretrváva v menšej miere. Ide o dynamický proces adsorpcie a desorpcie.

Rovnako je možné odplyňovať mriežku priamym prechodom prúdu, pri čom sa za zvýšenej teploty materiálu mriežky uvoľňujú nečistoty z povrchu mriežky. Nevýhodou tohto procesu je nepoužiteľnosť pre mriežky uzavretej konštrukcie, typicky používané pre UHV a XHV obor.

Pri procese elektrónového bombardu sa uvoľňujú do systému častice, čo má za následok zvýšenie tlaku v aparátúre, preto je potrebné po procese odplynovania nechať relaxovať vákuový systém, aby nastalo ustálenie systému.

## 4. Elektródy

### Katóda

Katóda pracuje na termoemisnom jave, keď pri vysokej teplote žeraveného materiálu sú z povrchu materiálu emitované častice. Emisia častíc - elektrónov závisí na výstupnej práci materiálu, ktorá je definovaná ako energia potrebná na uvoľnenie elektrónov z Fermiho hladiny, von z povrchu materiálu do vákua.

Materiály katód sa rozdeľujú do dvoch hlavných skupín

- vysokotavné kovy
- povlakové oxidové katódy

Pri kovových katódach sa využíva hlavne wolfrám, rénium. Pracujú pri teplote okolo 2000 °C. Nevýhodou je plynenie vákuometra, kvôli vysokej teplote žeravenia, a chemické procesy na povrchu katódy.

Pri dopade molekúl plynu na povrch žeravej katódy, môže molekula disociovať a rozpadáť sa na plyny, ktoré sú reaktívne. Tieto plyny následne chemicky reagujú s materiálom katódy a nečistotami na povrchu. Chemické reakcie majú nepriaznivý vplyv na životnosť katódy a plynenie v systéme.

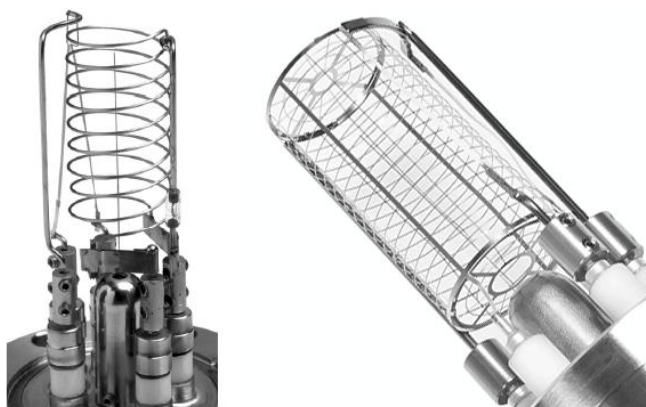
Pre oxidové katódy sa využíva hlavne tórium oxidové irídiové katódy ( $\text{ThO}_2\text{Ir}$ ), jedná sa o materiál vyrobený z práškového wolfrámu a oxidu tória stlačeného za vysokej teploty do tvaru vlákna. Vďaka nízkej výstupnej práci tória, je žeraviaca teplota okolo 1400 °C. V porovnaní s wolfrámovými katódami majú menšie plynenie a menšiu chemickú reaktivitu spôsobenú nižšou teplotou žeravenia. Zároveň sú ale citlivejšie na prepálenie, pri prudkých zmenách žeraviaceho prúdu.

### Anóda

Vyhotovenie mriežky je veľmi dôležité kvôli ESD efektu. Pri UHV aplikáciách sa väčšinou používa mriežka s uzatvoreným koncom<sup>7</sup>, z dôvodu zvýšenia citlivosti, čo ale zabráňuje odplynovaniu priamym prechodom prúdu cez mriežku.

---

<sup>7</sup> Konce anódovej mriežky sú podstavy pomysleného valca tvoreného telom anódy



Obr. 5 Anódové mriežky,

vľavo – s otvorenými koncami pre HV, vpravo – s zatvorenými koncami pre UHV.

Materiál anódy taktiež vplýva na zachytávanie molekúl na povrchu, čo ma rozhodný vplyv na ESD efekt. Ako materiál sa používa buď nerezová oceľ, pri vákuometroch do HV oblasti, alebo drahé kovy, poprípade ich zliatiny, pri vákuometroch do UHV a XHV oblasti.

### Kolektor

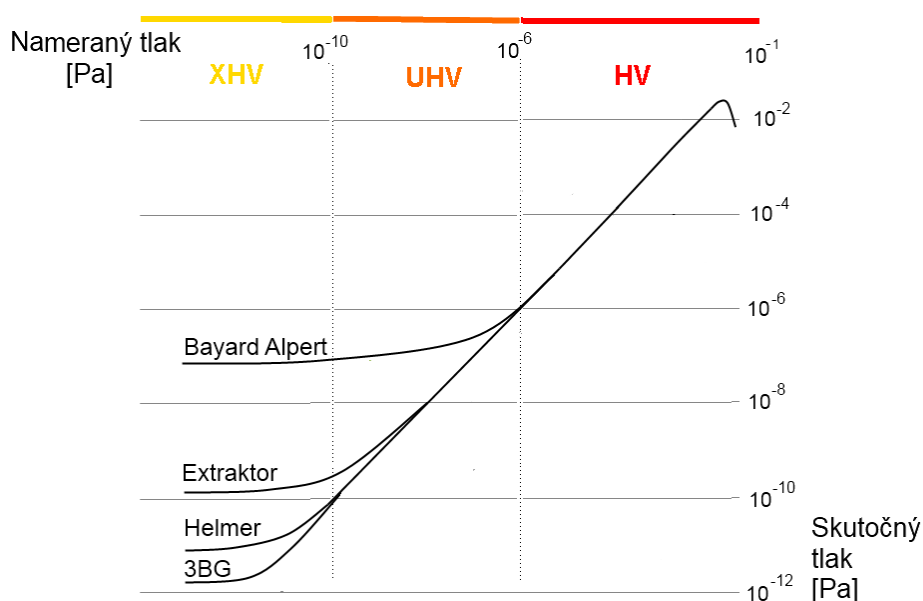
Od veľkosti kolektoru závisí veľkosť röntgenovej hranice. Väčšinou je vyhotovený v podobe drôtu o priemeru 0,25 mm a vyrobený z drahých kovov napr. W, Pt, Ir.

Zmenšovanie priemeru drôtu je obmedzené mechanickou stabilitou, odolnosťou voči otrasom, či iným mechanickým vplyvom. Pri zmenšovaní priemeru kolektoru dochádza aj k menšiemu zachytávaniu iónov s tangenciálnou zložkou rýchlosti voči kolektoru, čím vzniká zmenšenie meraného prúdu.

## 5. Princíp 3BG

### 5.1. Úvod

Na meranie extrémne nízkych tlakov  $<10^{-10}$  Pa sa využíva len niekoľko typov vákuometrov. Na obr. 6 sú znázornené dolné hranice pre rôzne modifikácie BA vákuometra. Do oblasti XHV sa blíži Extraktorový vákuometer, zasahuje Helmerov vákuometer a 3BG vákuometer. 3BG vákuometer má teoretickú dolnú hranicu meraného tlaku  $5,4 \times 10^{-12}$  Pa [5].

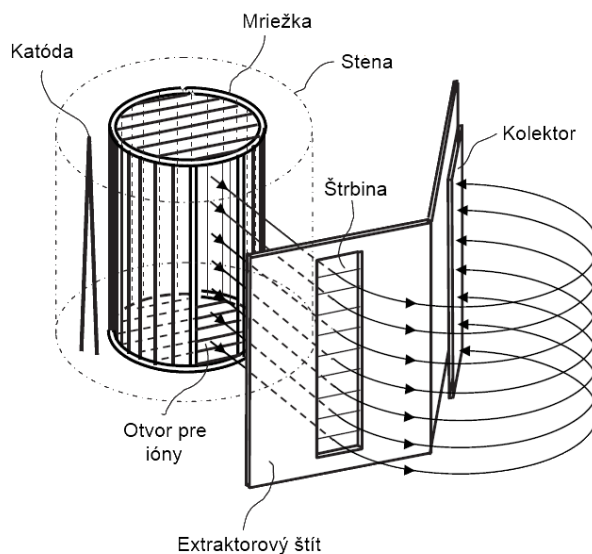


Obr. 6 Charakteristiky vybraných druhov vákuometrov.

### Princíp činnosti 3BG

Ióny vytvorené ionizáciou plynu sú potenciálovým rozdielom urýchľované von z priestoru anódy, cez otvor pre ióny, obr. 7. Otvor pre ióny predstavuje významnú zmenu oproti ostatným typom ionizačných vákuometrov. Deformuje pole vnútri anódovej mriežky tak, aby nasmerovalo dráhu iónov priamo do štrbiny. Štrbinou sú ióny vedené do úzkeho lúča – iónového pásu, ktorý je následne zahnutý deflektorom<sup>8</sup> a dopravený až ku kolektoru, kde sú ióny zachytené.

<sup>8</sup> Na obr. 8 nie je zaznačený deflektor, iba ohyb iónov spôsobený deflektorom



Obr. 7 Schéma konštrukcie 3BG [5].

## 5.2. Röntgenová hranica 3BG

Röntgenová hranica je potlačená geometriou vákuometra. Pomocou deflekčného uhlu röntgenové žiarenie nemá priamu cestu ku kolektoru, čo vyplýva z priestorového usporiadania elektród, ktorým sa dosiahla veľkosť deflekčného uhla  $230^\circ$ .

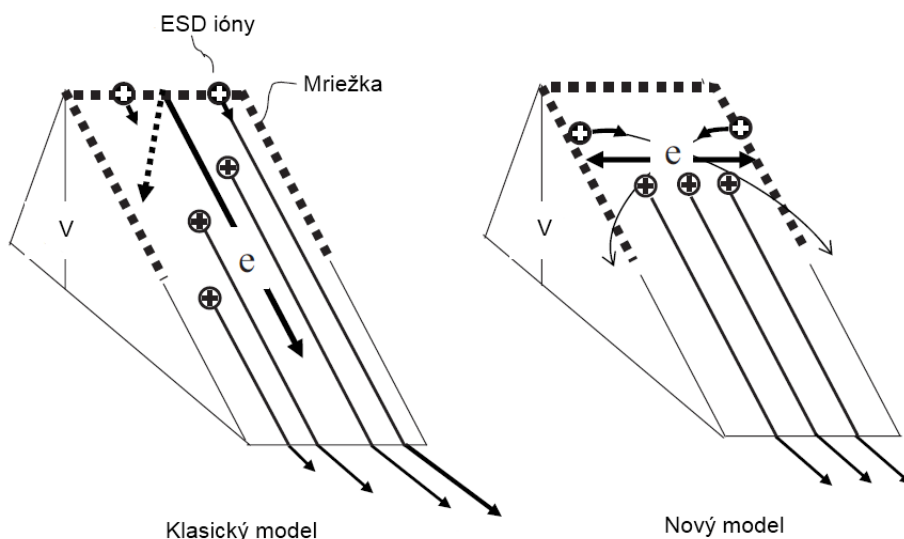
Deflektor má rebrovú štruktúru, čím sa znižuje odrazivosť pre žiarenie. Napriek tomu, sa istá časť röntgenového žiarenia dostáva na kolektor. Vďaka správnej voľbe deflekčného potenciálu, tak aby vzniknuté ióny, či už primárnou ionizáciou, parazitnými javmi ESD, alebo plynením, nedostali na kolektor, je možné určiť prúd spôsobený röntgenovým parazitným javom. Pre 3BG je určená röntgenová hranica  $5,4 \times 10^{-12}$  Pa.

Keďže v 3BG sú parazitné javy ESD a plynenie výrazne potlačené, najvýznamnejší parazitný jav pre 3BG je práve röntgenová hranica.

### 5.3. Elektrónovo stimulovaná desorpcia 3BG

Z prevedených meraní v [5] je zrejmé, že naadsorbované molekuly plynu na mriežke, pri odplynovaní - zahriati nad  $1000^{\circ}\text{C}$ , tvoria stále významný ESD efekt. Z toho vyplýva, že aj po čistení mriežky je parazitný jav ESD stále význačný, a treba ho potlačiť iným spôsobom.

Pri použití molybdénového tenkého drôtu oplášteného platinou, alebo zliatinou platina – irídia sa molekuly H a CO pri elektrónovom bombarde stále javili ako význačné, preto pri skúmaní problému neutrálneho ESD efektu využil Watanabe štúdium mriežky z titanu, na ktorej skúmal hmotnostným spektrometrom typ desorbovaných molekúl. Pri rôznych geometrických usporiadaniach sa ukázalo najvhodnejšie práve mriežka s otvoreným koncom a vonkajšou hrotovou katódou. Pri tomto usporiadaní bola desorpcia H a pomer  $\text{O}/\text{H}_2\text{O}$  minimálna. Vysvetlenie spočíva v tom, že pri viacnásobnom prelete elektrónov cez objem mriežky, sú elektróny urýchľované významnejšie od stien anódy, ako od konca mriežky. Pri elektrónoch, ktoré sa dostanú do silnejšieho pôsobenia konca mriežky, dochádza k postupnému sťahovaniu trajektórie ku koncu mriežky a následnej vibrácii pri konci mriežky. Čím vzniká výraznejší ESD efekt – uvoľňovanie molekúl H a O, a vyžarovanie röntgenového žiarenia. V oblasti koncov mriežky, teplota v malom objeme ionizačného priestoru anódovej mriežky dosahuje teplotu okolo  $1000^{\circ}\text{C}$  [5].



Obr. 8 Model ESD efektu [5].



Elektróny vychádzajúce z katódy smerom ku mriežke, majú zadaný smer vibrácie, v smere spojnice katóda - mriežka. Pri vzniku iónov z plynu, pomocou elektrónov, s takto zadaným smerom vibrácie, sa ióny v klasickom modeli zmiešajú s ESD iónmi a dopadnú na kolektor. Pri zvažovaní vzniku ESD iónov, hlavne na mriežke, môžeme uvažovať, že ESD ióny budú mať trajektóriu mimo lúč primárnych iónov, pri dopade na kolektor, v porovnaní s kolmým smerom voči spojnici katóda – mriežka, vid' nový model obr.8. Preto 3BG má otvor pre ióny navrhnutý v kolmom smere, voči spojnici katóda – mriežka, vid' obr.7.

Cez otvor pre ióny v mriežke a štrbinou sú vedené ióny do deflektorovej oblasti. Takto sa získa lúč v tvare pásu<sup>9</sup>, obr.7. Energetické rozloženie iónov v lúči je rovnaké a tým je možné viesť lúč cez veľký deflekčný uhol, až ku kolektoru.

#### 5.4. Plynenie 3BG

Žeravením katódy dochádza ku tepelnej radiácii, ktorá spôsobuje nárast teploty v okolitých častiach vákuometra, rovnako i v elektródach vákuometra. Pri narastaní teplôt okolitých prvkov dochádza ku zvyšovaniu plynenia vákuometra. Preto sa vyžaduje od materiálu vákuometra, aby mal nízku emisivitu pre infračervené žiarenie a dobrú tepelnú vodivosť. Zároveň tento materiál musí mať čo najmenšie plynenie, aby mohol byť použitý pre UHV a XHV systémy. Výhodne sú materiály, ktoré majú čo najmenšie množstvo rozpustených plynov.

Veľmi vhodným materiálom je zliatina meďi s prímiesou berýlia Cu + 0.2% až 0.3% Be [7]. Má veľmi dobrú tepelnú a elektrickú vodivosť, nízku emisivitu. Zároveň tvrdosť a tepelná rozťažnosť tohto materiálu sú blízke parametrom ocele, čím je umožnené komponentom z tejto zliatiny spájanie prírubovými spojmi s nerezovými prírubami aparátúr.

Pri ohreve zliatiny na 400 °C, po dobu 72 hodín, sa na povrch difúziou dostávajú atómy Be. 400 °C je hraničná teplota, pri ktorej Cu si udržiava svoje mechanické vlastnosti. Dlhá doba ohrevu je potrebná na dostatočnú difúziu atómov Be na povrch. Pri pasivácii kyslíkom, takto žiahaného materiálu, sa pri

---

<sup>9</sup> Pás v angl. belt, z neho je odvodený názov vákuometra „Bent Belt Beam gauge“

chladnutí na povrchu vytvorí vrstva BeO, ktorá slúži ako barierová vrstva difúzií vodíka z materiálu. Výsledné plynenie pre vodík je  $5,6 \times 10^{-13} \text{ Pa.m.s}^{-1}$  [7], čo je približne stokrát menej v porovnaní s nerezovým materiálom.

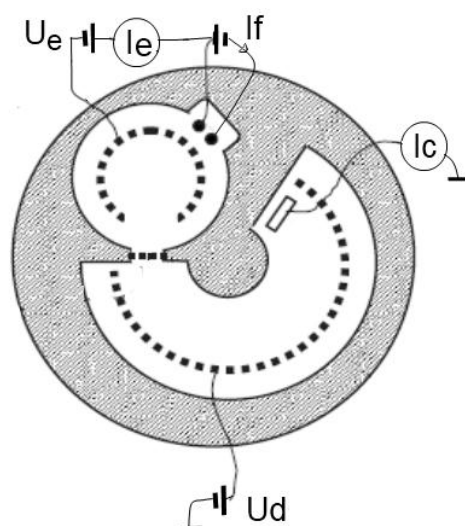
Zníženie plynenia je docielené aj použitím oxidovanej katódy z Ir + Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ktorá má žeraviacou teplotu okolo 1400 °C, čo je menšia teplota v porovnaní s wolfrámovými katódami. Na celkovom malom plynení sa kladne podieľajú dobre zvolené materiály, s nízkym plynením ostatných komponentov vákuometra. Vyhotovenie 3BG je na normovanej veľkosti CF prírub DN40CF. Konštrukcia je odolná voči mechanickým otrasom a telo je tvorené zo zliatiny BeCu.

Elektróda	Materiál
Katóda	Ir drôt s Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> plášťom
Anóda / Mriežka	Zliatina Pt 80% +Ir 20%
Kolektor	Ir drôt s Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> plášťom
Štrbina	Zliatina 0,2% + Be
Deflektor	Zliatina 0,2% + Be
Príruba	Nerezová oceľ 304

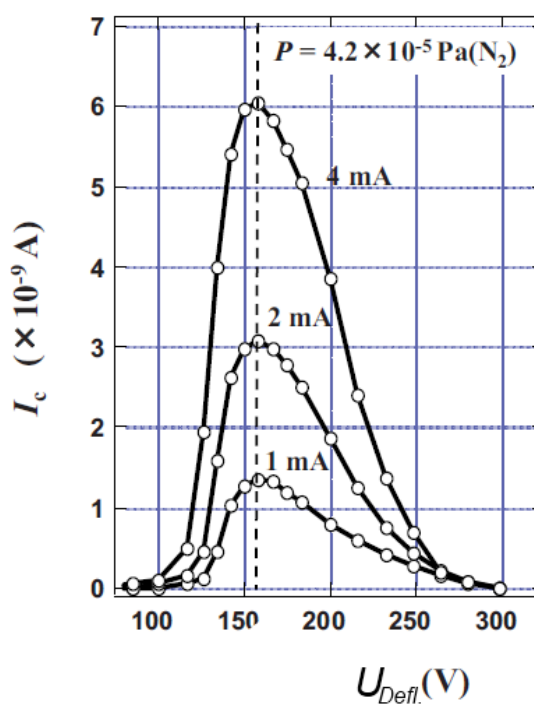
Tab. 2 Materiál častí 3BG.

### 5.5. Operačné charakteristiky 3BG

Na obr. 10 je znázornená závislosť kolektorového prúdu na deflektorovom napätí, vid' elektrická schéma na obrázku 9. Iónový lúč sa správa ako zväzok, s maximom pri 155 V, pri tlaku dusíka  $4,2 \times 10^{-5} \text{ Pa}$  a pri rozličných emisných prúdoch 1 mA, 2 mA a 4 mA, pričom z meraní Watanabeho [5] vyplýva, že maximum kolektorového prúdu je pre emisiu pohybujúcu sa okolo 4 mA. Na zmenšenie strát rozostrením iónového lúča slúži plochý kolektor, navrhnutý tak, aby bol v kolíznej dráhe iónov prechádzajúcich deflektorom.



Obr. 9 Elektrická schéma 3BG.



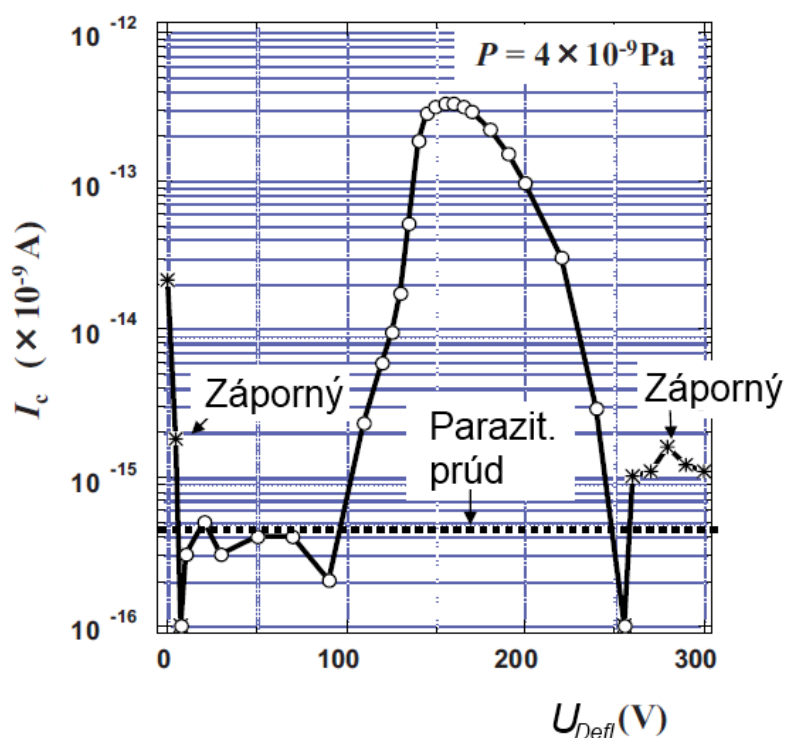
Obr. 10 Závislosť kolektorového prúdu na deflektorovom napätí [5].

3BG pri Watanbeho meraniach tlaku pre rôzne tlaky dusíka od  $4 \times 10^{-9}$  Pa do  $6 \times 10^{-4}$  Pa, pri konštantných podmienkach, vykazoval citlivosť  $3,7 \times 10^{-2} \text{ Pa}^{-1}$ . Pre naše meranie, ale citlivosť v manuáli vákuometra, bola udávaná na hodnotu  $7,1 \times 10^{-2} \text{ Pa}^{-1}$ , túto hodnotu sme brali ako smerodajnú.

Určenie röntgenovej hranice vyplýva z predpokladu odmerania kolektorového prúdu, spôsobeného iba týmto parazitným javom. Pri umiestnení kolektoru mimo vlastnú oblasť mriežky je možné merať parazitný prúd pri dodržaní podmienky zastavenia dopadu iónov, vzniknutých v anódovej oblasti, na kolektor. To sa dosiahne nízkym deflektorovým potenciálom, konkrétne v rozmedzí 30 V až 90 V [5], vid' obr. 11. Nameraný parazitný prúd, pri citlivosti  $3,7 \times 10^{-2} \text{ Pa}^{-1}$ , zodpovedá hodnote röntgenovej hranice 3BG  $5,4 \times 10^{-12} \text{ Pa}$ , vid' vzorec 2.10.

V ľavej časti obr. 11 vidno záporný prúd – prúd elektrónov, na kolektore pre potenciály kolektoru v rozmedzí 0V až 10V. Pravdepodobne sa jedná o generovanie fotoelektrónov z deflektoru, ktoré následne dopadnú na kolektor.

Pri zväčšovaní potenciálu na deflektore narastá kolektorový prúd, a pri hodnote okolo 155 V nastane maximum. Ďalším zväčšovaním potenciálu klesá kolektorový prúd a od hodnoty 250 V je meraný záporný prúd, pričom vysvetlenie javu spočíva, že záporný prúd zapríčiňujú fotoelektróny emitované zo stien, vďaka röntgenovému žiareniu, ktoré sú následne veľkým potenciálovým rozdielom urýchľované a spôsobujú ESD efekt na stenách v deflektorovej oblasti.



Obr. 11 Závislosť kolektorového prúdu na deflekčnom napätí [5].

## **C. Experimentálna časť**

### **6. Ciele diplomovej práce**

Cieľom diplomovej práce je overenie a preskúmanie činnosti 3BG, optimálneho nastavenia parametrov napájania vákuometra, ako i samotný fyzikálny princíp činnosti.

V prvom kroku by sa mali overiť charakteristiky 3BG, pre rovnaké pracovné parametre ako v [5]. Duplikáciou meraní sa zistí či je možné porovnávať výsledky ďalších meraní s výsledkami uvedených v [5].

V ďalšom kroku by sa malo postupným menením kombinácií parametrov potenciálov, získať celkové závislosti správania sa kolektorového prúdu pre dané parametre. Z týchto závislostí by sa malo dať určiť kombinácie potenciálov, ktoré zodpovedajú maximu, alebo maximám kolektorového prúdu. Bolo by vhodné, aby bolo možné porovnať činnosť a stálosť 3BG pre rozličné tlaky plynu, ako aj porovnať citlivosť pri rozličných tlakoch plynu.

Zároveň sa pri týchto meraniach dáva za cieľ stanoviť citlivosť 3BG vákuometra, pri nových parametrov a porovnať ju s výrobcom udávanou citlivosťou.

Ďalším cieľom je preskúmanie správania nabitých častíc vo vákuometri. Správanie trajektórií pre ionizujúce elektróny a trajektórie pre vzniknuté ióny v priestore anódovej mriežky. Overiť domnienku v [5] o rozličnom správaní iónov, podľa ich pozície vzniku v priestore anódovej mriežky – v objeme a pri povrchu mriežky.

Celkovo by namerané a modelované výsledky mali ukázať, či parametre napájania 3BG boli zvolené optimálne a či je 3BG potenciálne vhodný pre meranie v XHV oblasti.

## 7. Vákuový systém

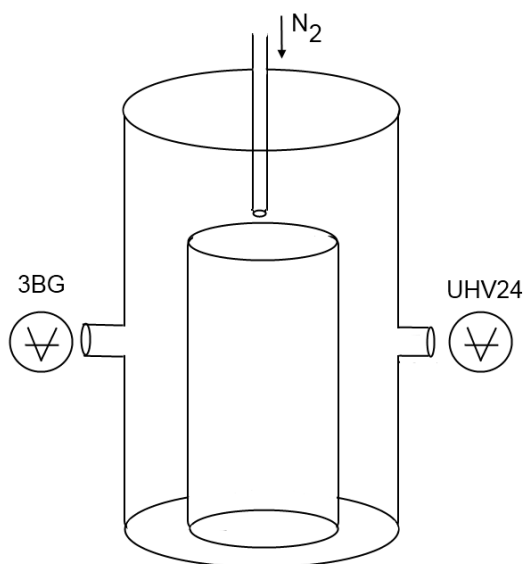
Vákuový systém je rozdelený do dvoch častí

- kalibračný,
- napúšťací.

Kalibračná komora je zhotovená z nerezovej ocele, ktorá je elektrochemicky vyleštená z dôvodu dosiahnutia minimálneho plynenia povrchu. Geometrické vyhotovenie kalibračnej komory slúži na rovnomerné a symetrické rozloženie tlaku plynu pozdĺž osi valca komory.

Z hornej časti je napúšťaný plyn, pomocou zařirového ventilu a z dolnej časti je komora odčerpávaná systémom dvoch turbomolekulárných vývev v sérii, ktoré sú predčerpávané suchou špirálovou vývevou. V komore po ustálení prechodných dejov nastáva dynamická rovnováha tlakov.

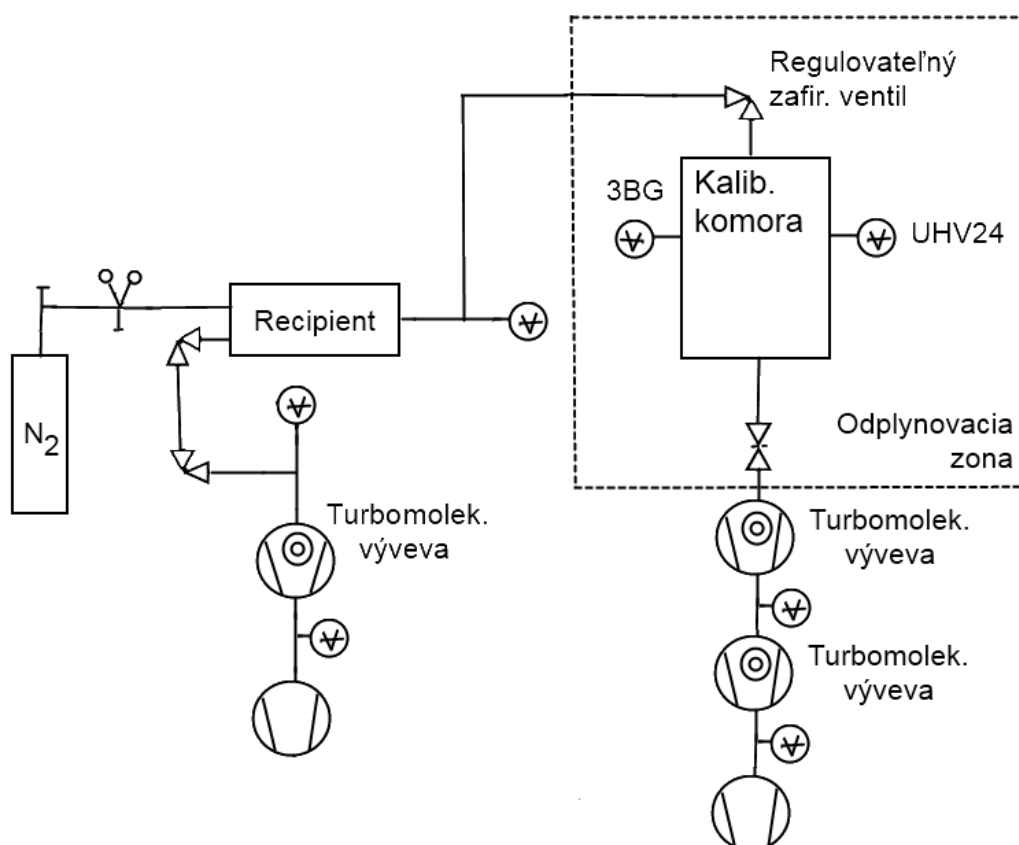
Vákuometre sú umiestnené v prírubách prstencovo rozmiestnených po obvode komory, aby hodnota tlaku, meraná vákuometrami pri dynamickej rovnováhe tlakov, bolo čo najviac rovnaká. Kvôli najmenšiemu rušeniu ionizačných vákuometrov navzájom, počas ich prevádzky, sa umiestňujú v protiľahlých častiach aparatury.



Obr.12 Schéma kalibračnej komory.

Vákuový systém bol odplynený na teplote 250 °C pomocou vyhrievacích telies a pásov, počas neustáleho čerpania systému. Po vychladnutí a ustálení aparatury, bol dosiahnutý hraničný tlak  $1.6 \times 10^{-8}$  Pa. Meranie v tejto diplomovej práci prebiehalo najprv pri hraničnom tlaku a následne pri pripúšťaní plynu do systému cez napúšťací systém.

Napúšťací systém slúži na napúšťanie čistého plynu  $N_2$  do systému. Je tvorený vysokotlakovou nádobou na plyný dusík, z ktorej je pripúšťaný plyn do recipienta. Pred použitím recipientu, bol sčerpáný systémom dvoch bezolejových vývev - turbomolekulárnej vývevy a špirálovej vývevy. Tlak v recipiente a pred recipientom je kontrolovaný niekoľkými vákuometrami, vid' obr. 13. Plyn z recipientu sa pripúšťa do meraného systému pomocou precízneho zažirového ventilu tak, aby bolo možné nastaviť čo najpresnejšiu dynamickú rovnováhu tlakov v meranom systéme.



Obr.13 Schéma vákuového systému.

Po odplynení kalibračnej komory a dosiahnutí hraničnej hodnoty tlaku sa pristúpilo k odplynovaniu ionizačných vákuometrov. Pri odplynovaní jedného ionizačného vákuometra, druhý slúžil ako kontrolný vákuometer. Následne bol odplynený vákuometer použitý ako kontrolný a odplynoval sa prvý vákuometer. Po odplynení oboch vákuometrov a ustálení tlaku, sa celý proces opakoval.

Kalibračná komora je osadená 3BG vákuometrom a kontrolným UHV-24 ionizačným vákuometrom so žeravenou katódou vyrobený spoločnosťou Agilent Technologies, má dolný merací rozsah rovný röntgenovej hranici  $2,7 \times 10^{-9}$  Pa a horný merací rozsah  $1 \times 10^{-1}$  Pa.

Po odplynení ionizačných vákuometrov, sme kalibrovali UHV24 pomocou presného vákuometra s rotujúcou guľčkou SRG-3. Kalibrácia prebiehala pri pripušaní kalibračnej komory dusíkom v rozmedzí hodnôt  $10^{-1}$  Pa až  $10^{-5}$  Pa. Po kalibrácii sme pri meraní tlakov v UHV oblasti mohli použiť komerčný vákuometer UHV24, ako kontrolný vákuometer pre priebeh tlakov počas merania pomocou 3BG vákuometra. Z hodnoty tlaku UHV24 a kolektorového prúdu 3BG bola vypočítaná citlivosť 3BG vákuometra.

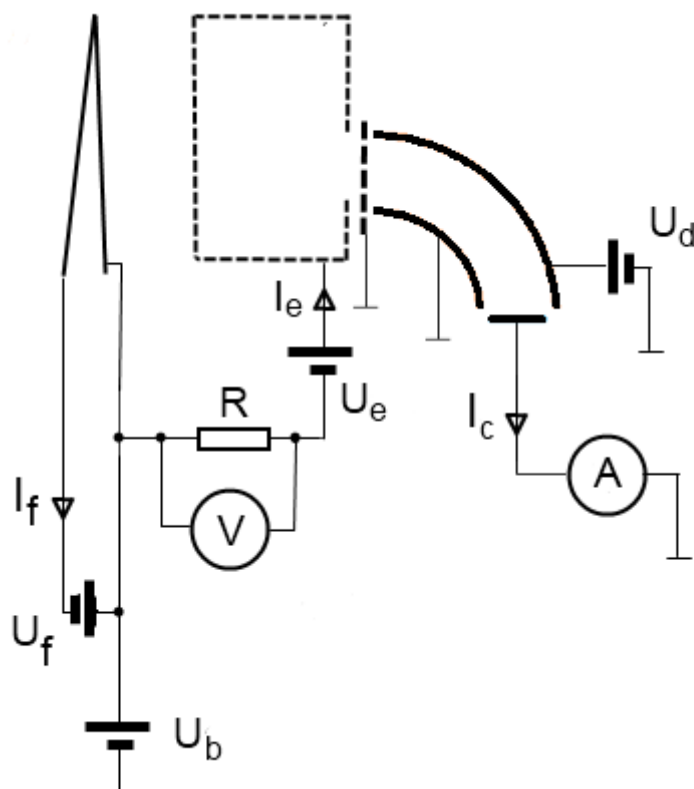
## 8. Schéma elektrického zapojenia

Na napájanie vákuometra slúži prúdový zdroj a niekoľko napäťových zdrojov. Pričom katóda je žeravená pomocou prúdového zdroja, žeraviacim prúdom  $I_f$ . Katóda a anódová mriežka je odsadená<sup>10</sup> od zeme na potenciál  $U_b$ . Urýchľujúci potenciál elektrónov medzi katódou a mriežkou  $U_e$  zabezpečuje napäťový zdroj. Urýchľujúci potenciál iónov z oblasti anódovej mriežky sa rovná súčtu  $U_b$  a  $U_e$ . Potenciál na vonkajšej časti deflektora  $U_d$ , je zabezpečený potenciálovým zdrojom, vid' obr. 14. Kostra 3BG, vnútorná časť deflektora, ako aj mriežka medzi deflektorom a anódou je uzemnená na nulový potenciál.

---

<sup>10</sup> Výraz „odsadenie“ použitý v zmysle potenciálového rozdielu





Obr. 14 Elektrická schéma napájania vákuometra.

Na sledovanie emisného prúdu  $I_e$  sa využíva meranie poklesu potenciálu na rezistore s presnou hodnotou odporu  $R = 99,7 \, \Omega$ . Pri hľadaní optimálnych parametrov 3BG sa pracovalo s jednou hodnotou stabilizovaného emisného prúdu, aby bolo možné porovnávať merania pre jednotlivé kombinácie  $U_e$ ,  $U_b$  a  $U_d$ .

Na sledovanie prúdu iónov na kolektore - kolektorového prúdu  $I_c$ , v rozsahu až do  $10^{-15} \text{ A}$ , slúži vysoko citlivý ampérmetr. Na jeho pripojenie ku elektróde je použitý odtienený triaxiálny vodič, aby sa minimalizoval vplyv elektromagnetických rušení.

Na meranie kolektorového prúdu, pri rozličných potenciáloch na elektródach, je potrebný systém, ktorý ovláda potenciály tak, aby bolo možné menenie jednotlivých parametrov, a ich časových konštánt stabilizovania s neustálou reguláciou emisie na požadovanú hodnotu, jeho popis je v kapitole 9.

## 9. Regulácia emisného prúdu

Na stabilitu merania má veľký vplyv regulácia emisného prúdu. Od výchyliek a stabilizácie emisného prúdu úzko závisia výchylky v meranom kolektorovom prúde.

Pri regulovaní emisného prúdu je potrebná dlhodobá stabilita, pri relatívne pomalých zmenách potenciálov na elektródach. Vhodné vlastnosti na regulovanie tohto typu systému, tzv. statického systému, je paralelný PI regulátor.

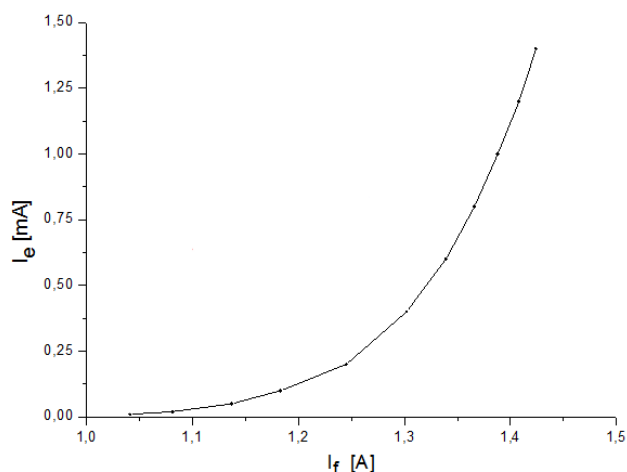
Riadenie PI regulátora je vyjadrené vzťahom

$$I_f(t) = K\Delta I_{ems}(t) + \frac{1}{T_i} \int_0^t \Delta I_{ems}(\tau) d\tau, \quad (9.1)$$

kde  $K$  je konštanta proporcionálneho časti,  $T_i$  je konštanta integračnej časti a  $\Delta I_{ems}$  je rozdiel medzi požadovanou a nameranou emisiou. Regulovanou veličinou je emisný prúd  $I_{ems}$  a riadenou veličinou je žeraviaci prúd na katóde  $I_f$ .

Na správne regulovanie emisie je potrebné poznať závislosť medzi emisiou a žeraviacim prúdom. Na obr. 15 je znázornená nameraná závislosť emisného prúdu od žeraviaceho prúdu katódy pre 3BG. Ako vidno z obr. 15, pre problém riadenia emisie pomocou žeraviaceho prúdu katódy, je výhodné využiť oproti lineárnemu riadeniu, dané vzťahom 9.1, nelineárne riadenie. S výhodou sa využije rastúca závislosť  $I_{ems} \sim I_f^{1/4}$  na intervale  $I_f = \langle 1 \text{ A}; 1,5 \text{ A} \rangle$  v porovnaní s lineárnou funkciou  $I_{ems} \sim I_f$

$$I_f(t) = K[\Delta I_{ems}(t)]^{1/4} + \frac{1}{T_i} \int_0^t [\Delta I_{ems}(\tau)]^{1/4} d\tau. \quad (9.2)$$



Obr.15 Závislosť emisného prúdu od žeraviaceho prúdu katódy

Na ochranu pred tepelným šokom katódy sa pri začiatku žeravenia používa pomalý nábeh  $I_f$ . Tým sa chráni katóda pred prepálením a zároveň sa predlžuje životnosť katódy. Ďalším dôležitým faktorom ochrany katódy pred prepálením, je ochrana voči impulznými zmenami  $I_f$ . Tieto zmeny môžu vzniknúť kvôli nedokonalým reguláciám, alebo náhodným chybám. Ochranným opatrením je zvolenie maximálneho žeraviaceho prúdu  $I_{fmax} = 1,5 \text{ A}$  a maximálneho napájacieho napätia žeravenia katódy  $U_{fmax} = 2,5 \text{ V}$ . Hodnoty sú zvolené s prihliadnutím na napájacie parametre katódy 3BG udané výrobcom.

## 10. Systém nastavovania potenciálov

Cieľom merania je získať závislosť citlivosti ionizačného vákuometra na meraných parametroch. Pri stabilizovanom emisnom prúde sú tieto parametre

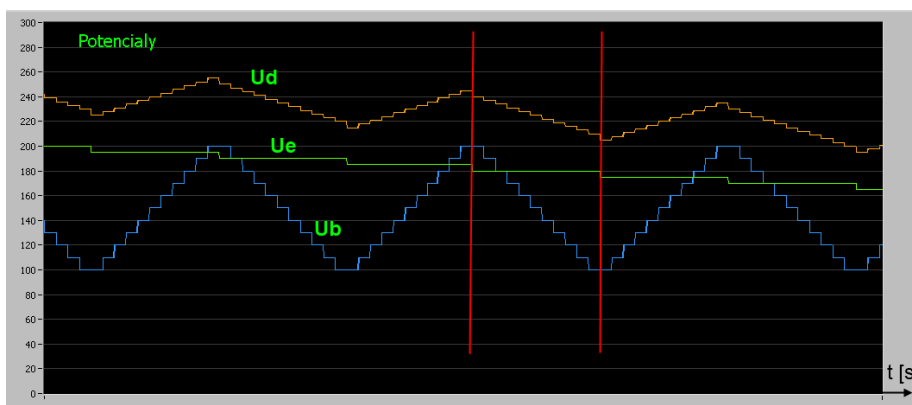
- potenciál medzi katódou a anódou, čím je udelená elektrónom energia, s ktorou následne ionizujú plyn,
- odsadenie katódy a anódy od zeme,
- potenciál deflektora, ktorý určuje dráhu nabitých častíc cez priestor deflektora.

Nastavovanie potenciálov prebieha v troch do seba vnorených cykloch tak, aby sme dosiahli premeranie všetkých požadovaných bodov v trojrozmernom priestore,

vymedzenom nastavovanými hodnotami potenciálov. Tento priestor zahŕňa všetky možné kombinácie potenciálov, ktoré ovplyvňujú hlavne trajektórie elektrónov a iónov vo vákuometri. Na zjednodušenie celého procesu sa parameter, deflektorový potenciál, dopočítava vzhľadom na to, že predpokladáme, že pre každú kombináciu zvyšných dvoch parametrov existuje práve jedna hodnota deflekčného potenciálu, pri ktorom kolektorový prúd dosahuje maximum.

Najvýhodnejšie pri nastavovaní potenciálov sa javí, čo najmenej vytvárať skoky v nastavení pre parameter energie elektrónov, pretože sa dá očakávať, že so zmenou energie elektrónov dochádza ku procesom na adsorbovanej vrstve mriežky, alebo jej okolí, ktoré majú vplyv na meraný kolektorový prúd. Pri zmene napätia na deflektore je destabilizovanie kolektorového prúdu nezanedbateľným procesom, z dôvodu parazitnej kapacity medzi kolektorom a deflektorom. Malú zmenu kolektorového prúdu možno očakávať pri zmene odsadenia katódy a anódy od zeme. Pri zmene ľubovoľného z parametrov sa necháva meraný kolektorový prúd relaxovať v rámci jednotiek sekúnd, aby nameraná hodnota predstavovala ustálený stav. Ustálenie kolektorového prúdu sa sleduje pomocou prvej derivácie signálu.

Pre isté kombinácie potenciálov nedokážeme získať požadovanú emisiu, lebo sme limitovaný maximálnym napájacím prúdom katódy  $I_{fmax} = 1,5 A$ . Preto vhodnou voľbou intervalov potenciálov medzi anódou a katódou a odsadením katódy a anódy zabezpečujeme bezpečný chod katódy a dosahovanie zvolenej emisie.



Obr. 16 Časový priebeh potenciálov.

Dôležitou vlastnosťou je časový priebeh potenciálov, vid' obr. 16. Časová stabilizácia jednotlivých napätí v danom kroku ovplyvňuje samotnú stabilitu

merania. Z tohto dôvodu sa menenie potenciálov deje, čo najviac spojitou – pomocou trojuholníkového signálu. Čas stabilizácie je určovaný tak, aby po zmene trojice potenciálov bol emisný prúd stabilizovaný a prvá derivácia kolektorového prúdu sa blížila ku konštantnej funkcii, čo znamená že kolektorový prúd je stabilizovaný.

## 11. Programové riadenie

Merací systém pozostáva z fyzických a rovnako z virtuálnych komponentov

- Fyzické komponenty predstavujú
  - vákuometer 3BG, UHV24,
  - napájacie zdroje napäťové a prúdové,
  - voltmetre,
  - ampérmeter.
- Virtuálne komponenty sú
  - regulátor PI emisného prúdu,
  - riadiace systémy potenciálov,
  - systém na zber dát.

Všetky použité virtuálne stroje boli vytvorené pomocou softvéru LabVIEW, National Instrument. Na komunikáciu medzi riadiacim PC a prístrojmi sa využívajú paralelné, alebo sériové zbernice a USB rozhranie.

### Riadiaci systém emisie

Slúži na riadenie emisného prúdu katódy pomocou softvérového PI regulátora, vid'. kapitola 8. Na základe údaje o nameranom emisnom prúde, sa nastavuje hodnota napájacieho prúdu katódy. Regulácia prebieha cyklicky, s intervalom 200 ms. Časový interval je volený ako kompromis medzi volaním voltmetra po zbernici a požiadavkou, čo najpresnejšej regulácie. Softvér rovnako zabezpečuje nastavenie maximálneho žeraviaceho prúdu a napätia a pomalý nábeh napájacieho prúdu. Nelineárne riadenie sa dosiahlo softvérovou úpravou lineárnej PI regulácie, čím sa docieľuje väčšia stabilita riadenia a plynulé prechody pri zmenách nastavovaného emisného prúdu.

## Riadiaci systém potenciálov

Systém pomocou troch do seba vnorených cyklov zabezpečuje plynulý prechod po požadovaných kombináciách potenciálov. Systém je tvorený tak, aby bol ľahko modifikovaný na rozličný typ úlohy, pri čo najmenších zásahoch do jadra programu. Umožňuje nastavovanie rozličných intervalov potenciálov pre danú elektródu s ľubovoľným krokom. Zároveň je možné ľubovoľné nastavenie doby stabilizácie pre každú zmenu trojice potenciálov. Program zabezpečuje zber dát všetkých nastavených parametrov, emisného a kolektorového prúdu do výstupného súboru. Výstupný súbor bol následne spracovaný v softvéri OriginPro od firmy OriginLab.

## 12. Simulácia

Na modelovanie správania iónov v 3BG vákuometri bol využitý softvér SIMION verzia 8. Geometria elektród sa v tomto softvéri môže buď importovať z CAD<sup>11</sup> súboru, alebo priamo vymodelovať v jazyku SIMION. Keďže nebol od výrobcu k dispozícii CAD návrh 3BG vákuometra, bol 3BG modelovaný v jazyku SIMION.

Modelovanie prebiehalo v kubickej sieti tvorenej 100x100x100 voxel-mi<sup>12</sup>, ktorá predstavovala uzemnené telo. Voxel bol zvolený o rozmeroch 0,8x0,8x0,8 mm. Následne sa do tela odobraním, alebo pridaním voxelov, s rôznymi potenciálmi, tvorili jednotlivé elektródy – katóda, mriežka, deflektor a kolektor. Následne SIMION vypočíta intenzitu elektrického poľa, na základe rozmiestnenia voxelov s daným potenciálom elektródy, pre každý bod priestoru, bez zahrnutia priestorového náboja častíc. Počítanie intenzity elektrického poľa je optimalizované na symetrické, zrkadlové geometrie, čo do istej miery spĺňa aj návrh 3BG. Na základe znalosti intenzity elektrického poľa sú počítané trajektórie nabitých častíc pomocou Runge-Kutta metódy.

---

<sup>11</sup> CAD všeobecné označenie softvéru, a súborov vytvorených v ňom, pre strojnícke návrhy

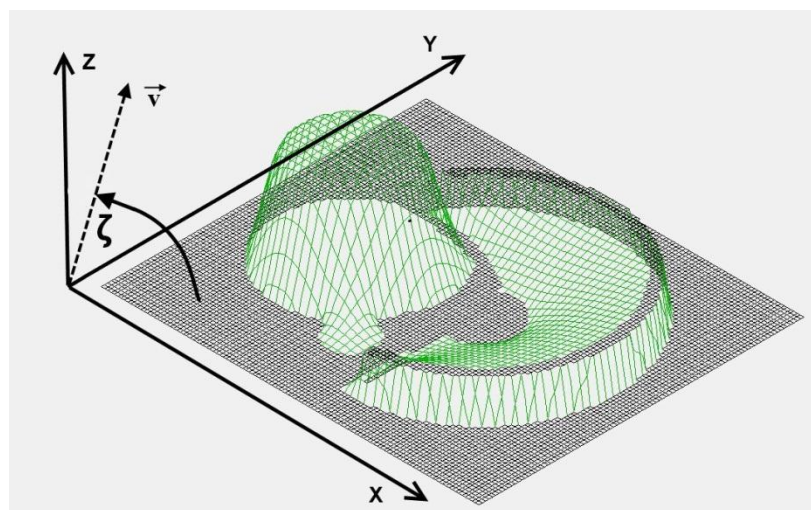
<sup>12</sup> Z angl. „volumetric pixel“ významovo 3D bod s danými vlastnosťami v objeme voxel-ovej bit mapy

## D. Vyhodnotenie

### 13. Simulácia 3BG

#### 13.1 Rozloženie intenzity elektrického poľa

Simulácia prebiehala pri zvolenom optimálnom potenciáli mriežky  $U_e + U_b = 220$  V, katódy  $U_b = 100$  V a deflektoru  $U_d = 185$  V. Zvolenie orientácie osí je znázornené na 3D modeli rozloženia intenzity pre rez 3BG rovinou xy, viď obr. 17. Uhol medzi vektorom  $\vec{v}$  a rovinou vymedzenou osami x, y je označený ako  $\zeta$ . Rozmery 3BG boli označené ako  $x_{\max}$ ,  $y_{\max}$ ,  $z_{\max}$ .



Obr.17 Intenzita elektrického pole 3BG v rezu roviny xy, pre  $z = 0$ .

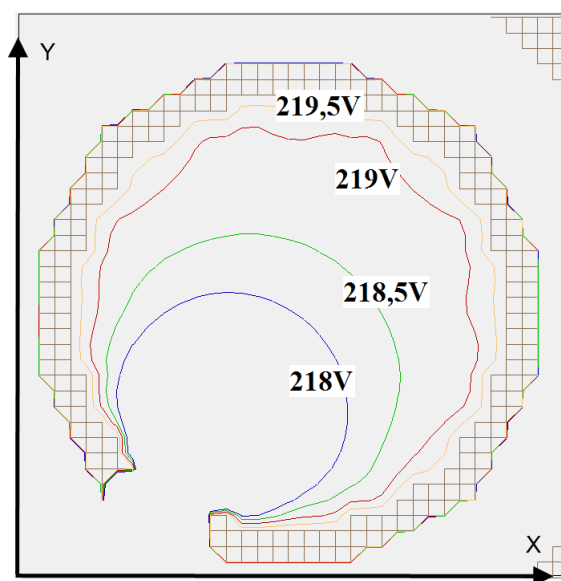
Z pohľadu modelovania elektrického poľa je výhodné sa pozerat' na 3BG vákuometer, ako na dva oddelené priestory

- priestor anódovej mriežky,
- priestor deflektora.

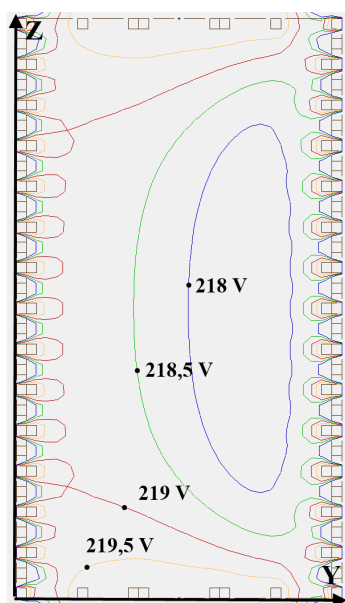
Tieto dva priestory sú oddelené mriežkou, ktorá má nulový potenciál. Mriežku predstavujú pravidelne usporiadané drôty s približne 1mm rozstupmi. Mriežka zabezpečuje minimálne prenikanie elektrických polí z deflektorovej časti do mriežkovej časti a naopak, čo potvrdzujú aj simulácie 3BG.

Pre smer trajektórie iónov vzniknutých v ionizačnom priestore anódovej mriežky je dôležitý tvar elektrického pola mriežky, ako ukazujú simulácie rozloženia

ekvipotenciál elektrickej intenzity na obr.18 a 19. Ióny v objeme mriežky sa nachádzajú v potenciálovo nevýhodnej situácii a sú urýchľované smerom k otvoru pre ióny. V smere otvoru pre ióny sa nachádza mriežka, ktorá zabezpečuje minimálne zbrzdzenie a vychyľovanie iónov pred vstupom do deflektorovej časti. Následne, po prechode iónov cez mriežku, sa dostanú do deflektorovej oblasti s kinetickou energiou závislou od potenciálu mriežky.



Obr.18 Ekvipotenciály elektrického poľa v reze mriežkou vedenom cez prstenec anódovej mriežky  $z = \frac{z_{max}}{2}$ , mriežka má potenciál 220 V.



Obr.19 Ekvipotenciály elektrického poľa v reze mriežkou yz vedenom po dĺžke anódovej mriežky,  $x = \frac{x_{max}}{3}$ , mriežka má potenciál 220 V.



## 13.2. Trajektória častíc

Pri simulácií trajektórií elektrónov z katódy a iónov z ionizačného priestoru anódovej mriežky, sa skúmali dve význačne oblasti :

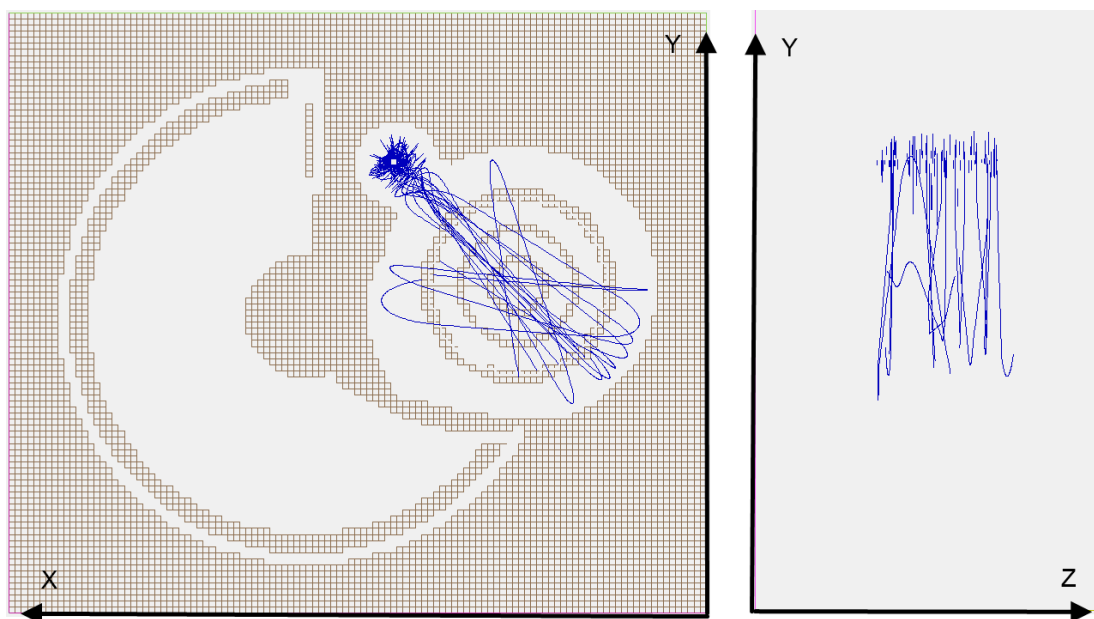
- objem anódovej mriežky, kde je zanedbateľné pôsobenie elektrického poľa od koncov mriežky,
- koniec anódovej mriežky.

Ióny po prechode mriežkou, vďaka gradientu potenciálu mriežky, majú smer dotýcnice pomyselné kružnice deflektora. Deflektor pracuje, ako výsek z valcového kondenzátora, preto najväčší vplyv na trajektóriu iónov má uhol  $\zeta$  určujúci sklon trajektórie pri vstupe do deflektora. Keď je  $\zeta$  nulový, ióny sa pohybujú po kružnicovej dráhe a dopadnú na kolektor v rovnakej z-ovej súradnici pri akej vstupovali do deflektora. V prípade že uhol  $\zeta$  je nenulový, ióny sa pohybujú po kružnicovej dráhe, cez priestor deflektora s nenulovou z-ovou zložkou, pokým nedopadnú na kolektor, alebo na stenu vákuometra.

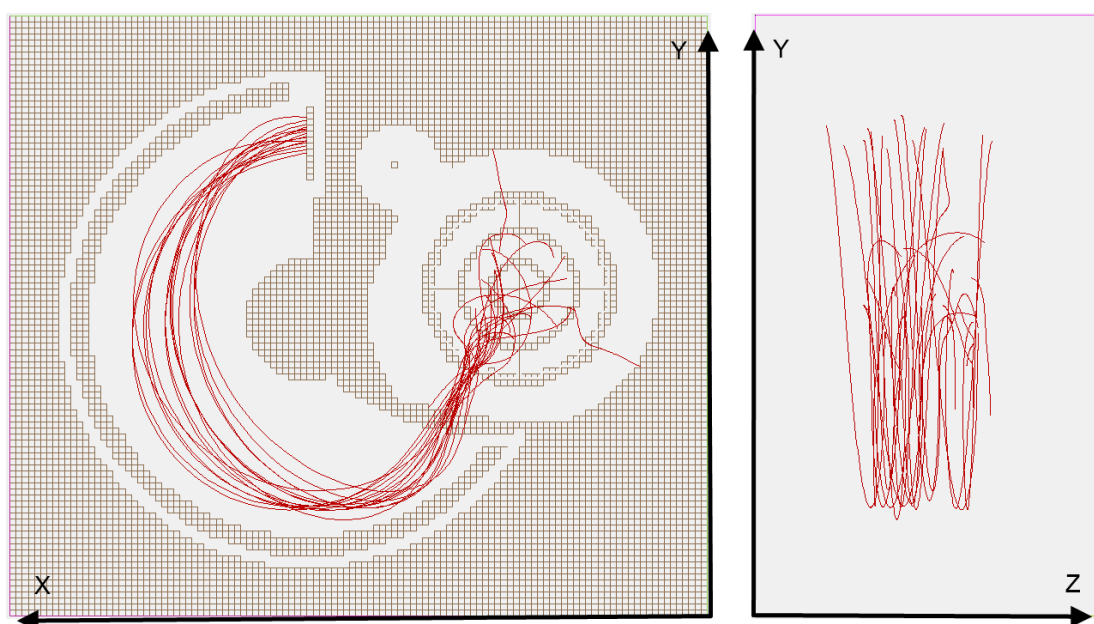
Na obr. 20 až 22 je vľavo pohľad zhora v rovine xy a vpravo pohľad zboku, v rovine yz, na priemet trajektórií všetkých generovaných elektrónov (modrá farba), alebo iónov (červená farba) pri potenciálu na mriežke  $U_e + U_b = 220$  V, na katóde  $U_b = 100$  V a deflektore  $U_d = 185$  V.

Elektróny, ktoré pri svojom vzniku prechádzajú cez objem mriežky, majú distribúciu trajektórií po celom objeme mriežky, prevažne v smere spojnice katóda - anóda. Po niekoľkonásobných preletoch sa zrazia so stenou mriežky. Počas preletov elektrónu cez objem mriežky vznikajú ióny a takto vzniknuté ióny sa gradientom mriežkového potenciálu urýchľujú a dostávajú do deflektorového priestoru. Trajektória týchto iónov je pri vstupe rovnobežná s gradientom mriežkového potenciálu, uhol  $\zeta$  je nulový. Ióny ktoré vznikli blízko otvoru v anódovej mriežke môžu byť urýchľované von mimo priestor anódovej mriežky a dopadnú na stenu 3BG.

Takto vzniknuté ióny sú prevažne z objemovej časti. ESD ióny majú pravdepodobnosť vzniknú iba pri prechodoch elektrónov blízko anódovej mriežky, alebo pri dopade elektrónu na mriežku.



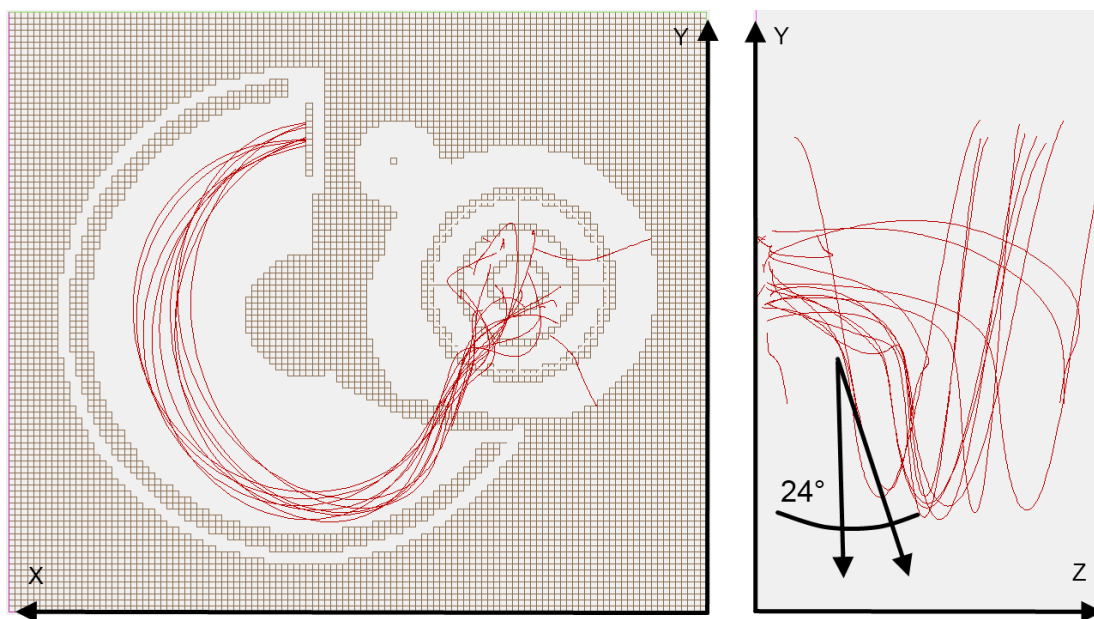
Obr. 20 Trajektória elektrónov v anódovej mriežke.



Obr. 21 Trajektórie iónov vzniknutých v objeme anódovej mriežky.

V prípade, že elektróny sa dostanú do pôsobenia elektrického poľa, od koncov mriežky, tak začnú oscilovať veľmi blízko povrchu konca mriežky. Tým sa niekoľkonásobne zväčší dĺžka trajektórie elektrónu v blízkosti povrchu koncov anódovej mriežky a tým aj pravdepodobnosť vzniku ESD iónov.

Ióny vzniknuté pri koncoch mriežky sú urýchľované elektrickým poľom prevažne od koncov mriežky, spádom potenciálu od otvoru pre ióny a až následne od stien, obr. 19, čím sa ich dráha zakrivuje a do deflektorovej oblasti vstupujú pod uhlom približne  $24^\circ$ . Cez deflektorovú časť sa pohybujú po zakrivenej trajektórii smerujúcej von z deflektorového priestoru v z-ovom smere. Dopad iónu na kolektor, alebo úplne vychýlenie z kolíznej dráhy s kolektorom závisí od potenciálu mriežky a miesta vzniku iónu na konci mriežky.



Obr. 22 Trajektórie iónov vzniknutých pri koncoch anódovej mriežky.

## 14. Namerané výsledky

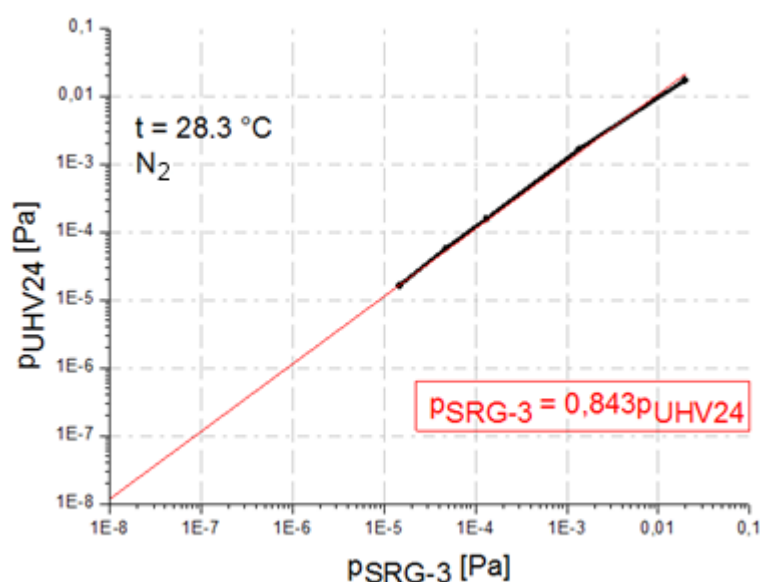
### 14.1. Kalibrovanie UHV24

Aby UHV24 mohol slúžiť ako kontrolný vákuometer, vypovedajúci o presnej hodnote tlaku v aparátúre je potrebná jeho kalibrácia. Ako normál na kalibráciu nám slúži vákuometer s rotujúcou guľičkou, ďalej označovaný podľa výrobcu skratkou SRG-3<sup>13</sup>. Kalibrovalo sa od tlaku  $\sim 10^{-2}$  Pa, kvôli hornej hranici UHV24, až po tlak  $\sim 10^{-5}$  Pa, kvôli dolnej hranici SRG-3. Nameraná kalibračná krivka, na obr. 23 čierna hrubá krivka, sa extrapoláciou bodov posunula k nižším hodnotám tlakom, vid' obr. 23 červená čiara.

Kalibrácia prebiehala pri ustálenej teplote v laboratóriu 28,3 °C, pričom sa využíval na pripúšťanie do kalibračnej komory čistý dusík. Počas kalibrácie bol 3BG vypnutý, aby nespôsobil rušenie merania UHV24. Chyba merania SRG-3 vákuometra podľa výrobcu predstavuje 1% meranej hodnoty.

Ďalej v práci tlak nameraný pomocou UHV24 podlieha tejto kalibrácii, pričom výsledný kalibračný vzťah znie

$$p_{SRG-3} = 0,843 \times p_{UHV24}. \quad (14.1)$$

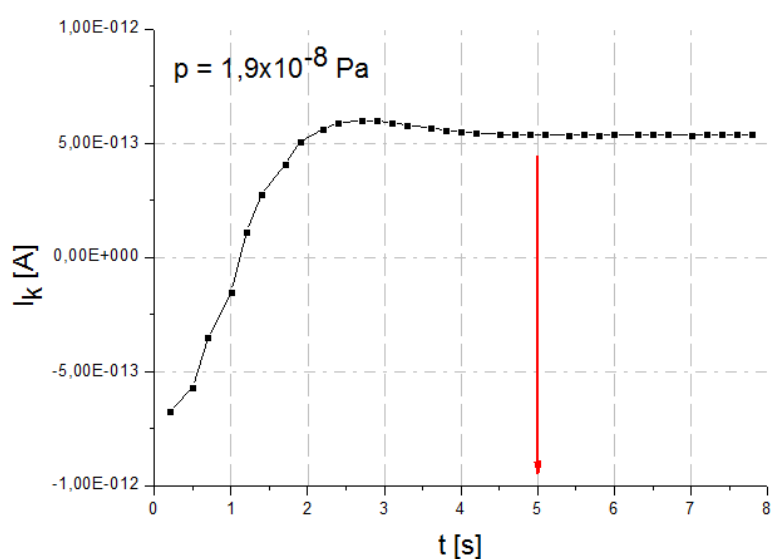


Obr. 23 Kalibračná krivka UHV24 vákuometra.

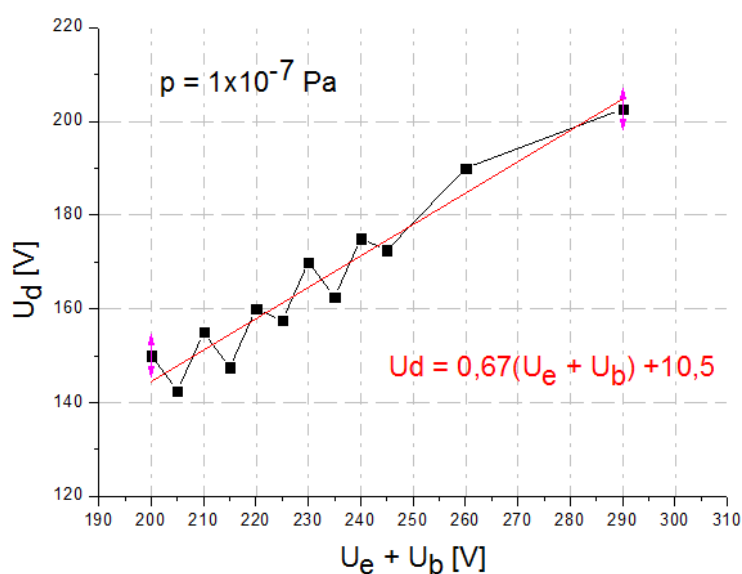
<sup>13</sup> SRG z angl. originálu „Spinning Rotor Gauge“.

## 14.2. Prechodné javy a nastavenie deflektora

Pri menení prevádzkových potenciálov sa využíval skok o veľkosti maximálne 5 V nezávisle od elektródy. Na obr. 24 vidno nameranú charakteristiku, pri zmene potenciálu na deflektore o 5V, ktorá ukazuje, že minimum stabilizačného optima sa pohybuje okolo 5 sekúnd pre najdlhšie odznievajúce nestability v kolektorovom prúde pri zmene potenciálu.



Obr. 24 Prechodová charakteristika kolektorového prúdu pri zmene potenciálu.



Obr. 25 Závislosť deflekčného potenciálu od potenciálu na anódovej mriežke.

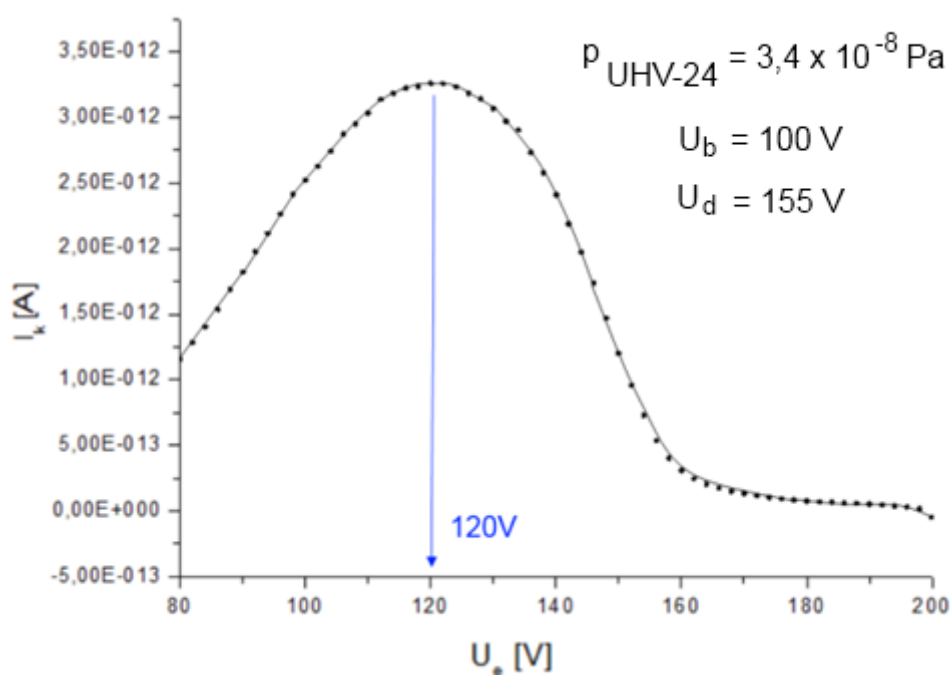
Predpokladáme lineárnu závislosť medzi vstupnou energiou iónov, určenou potenciálom na anódovej mriežke, a deflektorovým potenciálom. Na obr. 25 vidno výslednú funkčnú závislosť a vzťah na určenie  $U_d$  daný rovnicou

$$U_d = 0,67(U_e + U_b) + 10,5. \quad (14.2)$$

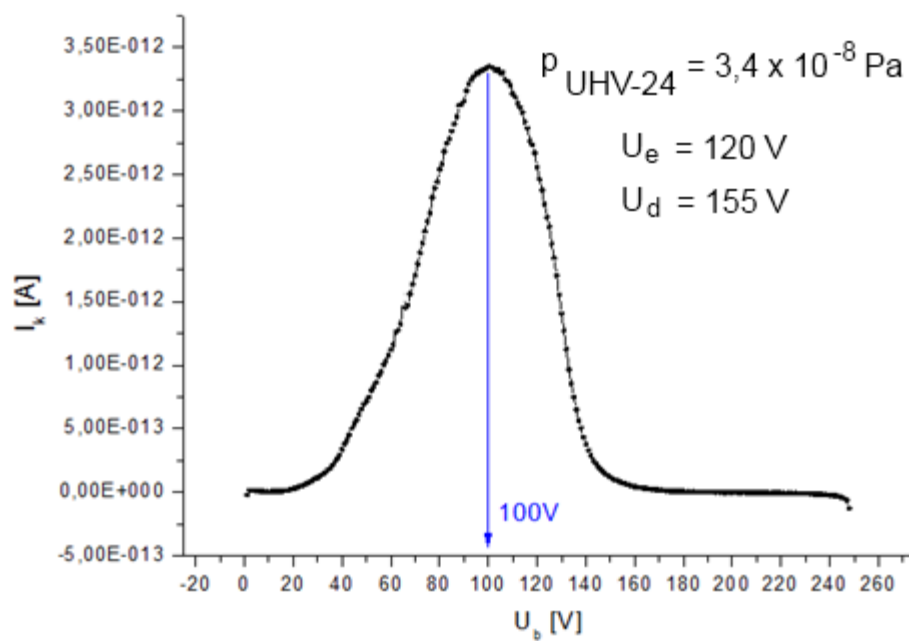
Pomocou vzťahu 13.2 je dopočítavaný deflektorový potenciál, čím sa zvyšuje časová efektívnosť merania a prehľadnosť nameraných výsledkov.

### 14.3. Nominálne hodnoty potenciálov

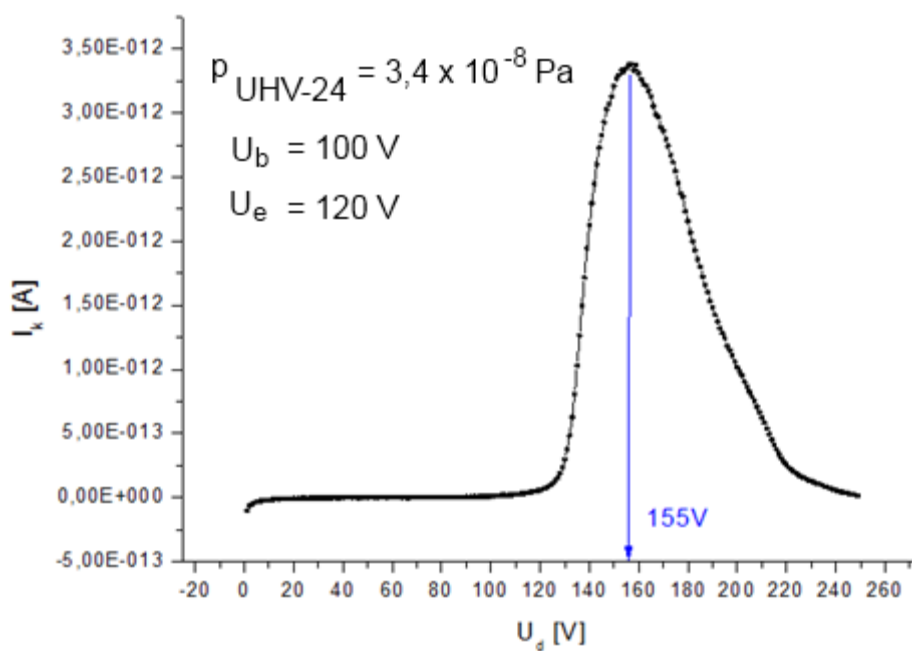
Na overenie operačných charakteristík, kapitola 5.5., sme premerali jednotlivé závislosti kolektorového prúdu od potenciálov na elektródach.



Obr. 26 a) Závislosti kolektorového prúdu od potenciálu medzi katódou a anódou, pri dvoch zvyšných zaфіxovaných potenciáloch na nominálnej hodnote a nominálnom emisnom prúde.



Obr. 26 b) Závislosti kolektorového prúdu od odsadenia katódy a anódy.



Obr. 26 c) Závislosti kolektorového prúdu od deflekčného potenciálu.

Meranie prebiehalo vždy pri dvoch potenciáloch držaných na nominálnych hodnotách, udaných výrobcom 3BG, a jednom parametri meniacom pri nominálnej hodnote emisného prúdu 1,6mA. Namerané výsledky na obr. 26 ukazujú rovnaké správanie sa 3BG vákuometra pri našom meraní ako u jeho tvorca, Watanabe. Hodnoty, pri ktorých je kolektorový prúd maximálny sú  $U_e=120\text{ V}$ ,  $U_b=100\text{V}$ ,  $U_d=155\text{ V}$ , čo sa zhoduje s nominálnymi hodnotami.

Pri meraní bol v aparátúre medzný tlak, určený pomocou kalibrovaného vákuometra UHV24 na hodnotu  $3,4 \times 10^{-8} \pm 0,3\text{ Pa}$ . Z obr. 26 vidno, že pri nominálnych hodnotách, čo sú zároveň vždy aj maximá funkcií, je kolektorový prúd  $I_k$  približne rovný

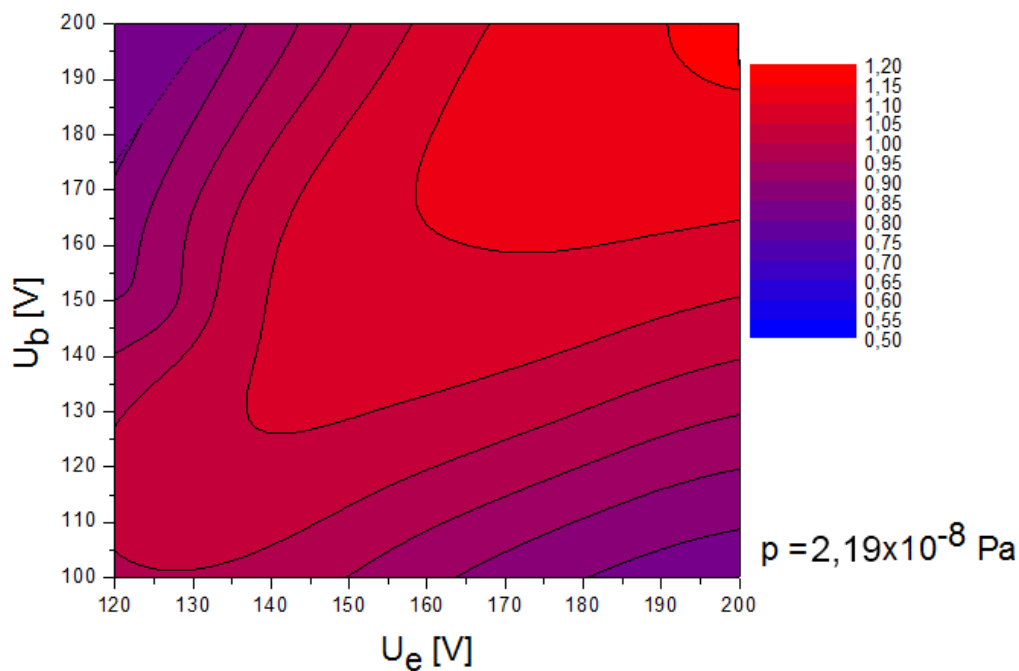
$3,5 \times 10^{-12}\text{ A}$ . Pri použití nominálnej citlivosti  $S=0,071\text{ Pa}^{-1}$  získame hodnotu tlaku  $3,08 \times 10^{-8}\text{ Pa}$ . Rozdiel hodnôt tlakov určenými UHV24 a 3BG – pri nominálnych hodnotách, predstavuje  $\sim 10\%$ , čo je spôsobené chybou merania UHV24 pre hodnoty tlaku blízke dolnej hranici UHV24.

#### 14.4. Výsledky pre medzný tlak aparátúry

Po odplynení a sčerpaní aparátúry na medzný tlak sme kalibrovaným UHV24 vákuometrom zaznamenali hodnotu tlaku približne  $2,19 \times 10^{-8} \pm 0,2\text{ Pa}$ . Pri tomto tlaku sme merali kolektorový prúd pre rôzne dvojice  $U_e$ ,  $U_b$  v intervaloch  $U_e = 120\text{ V} - 200\text{ V}$  a  $U_b = 100\text{ V} - 200\text{ V}$ , pričom  $U_d$  sa dopočítaval tak, aby zodpovedal optimálnemu deflektorovému potenciálu. Z obr. 27 vidno, že maximum kolektorového prúdu, o 20 % väčšie oproti nominálnym hodnotám parametrov, nastalo pre maximálne dvojice potenciálov.  $U_e$  predstavuje urýchľujúci potenciál pre elektróny, ale zároveň aj pre ióny vzniknuté v ionizačnom priestore anódovej mriežky, z čoho vyplýva, že hoci optimálny ionizačný potenciál sa pohybuje okolo 100 eV, maximum iónov dopadajúcich na kolektor dostaneme, keď urýchlíme ióny unikajúce z anódovej mriežky na vyšší potenciál.

Zároveň pre zväčšujúci urýchľujúci potenciál elektrónov vzniká s väčšou pravdepodobnosťou viac ESD iónov, čo taktiež zvyšuje kolektorový prúd.





Obr.27 Graf závislostí kolektorového prúdu pri hraničnom tlaku aparátúry v relatívnej mierke v porovnaní s hodnotou kolektorového prúdu, pri nominálnych hodnotách  $U_e = 120 \text{ V}$  a  $U_b = 100 \text{ V}$ .

#### 14.5. Výsledky pre rôzne tlaky dusíka

Po vyčerpaní aparátúry na hodnotu  $\sim 10^{-8} \text{ Pa}$ , sme pomocou regulačného zafirového ventilu pripúšťali  $\text{N}_2$  z recipientu. Dynamickú rovnováhu tlakov medzi napúšťaním  $\text{N}_2$ , parazitnými tokmi a odčerpávaním systémom vývev, sme sledovali vďaka kontrolnému ionizačnému vákuometru UHV24. Meranie prebiehalo pri emisnom prúde  $0,5 \text{ mA}$  a hodnotách potenciálov  $U_e$  120 až 200 V,  $U_b$  100 až 200V a dopočítavajúcim sa deflekčným potenciálom, podľa vzťahu 13.2. Potenciály sa menili s krokom 5V. Doba stabilizácie bola 5 sekúnd so sledovaním kolektorového prúdu, pomocou jeho prvej derivácie na rozoznanie, či je kolektorový prúd skutočne stabilizovaný.

Meranie v kalibračnej komore prebiehalo pri troch ustálených hodnotách tlaku dusíka

- $1,23 \times 10^{-7} \text{ Pa}$ ,
- $1,18 \times 10^{-6} \text{ Pa}$ ,
- $1,26 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ .

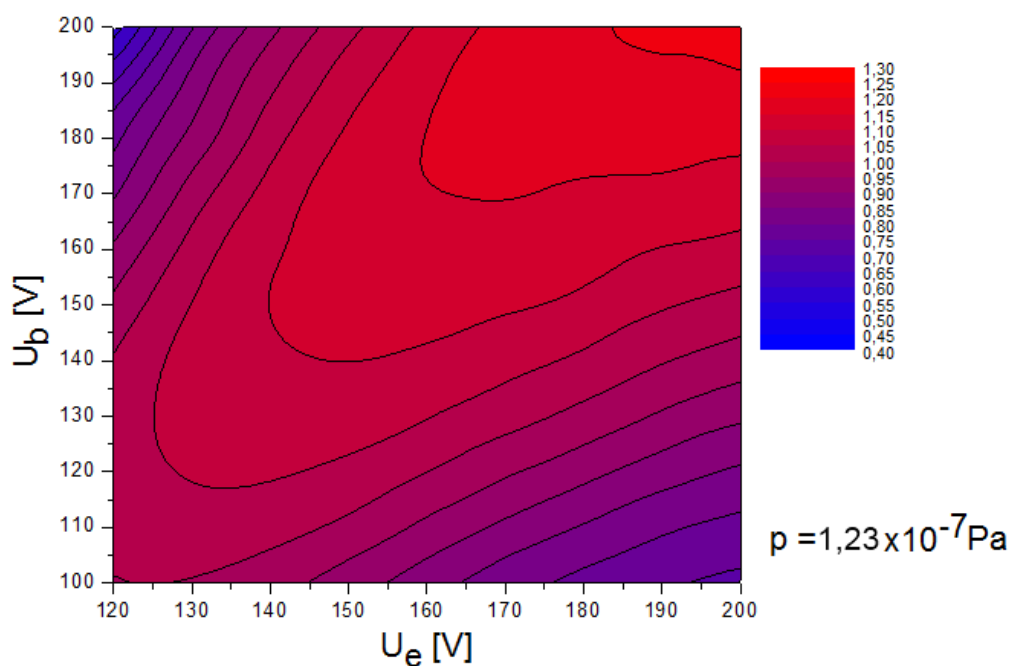
Takto bolo overené správanie 3BG pre rôzne tlaky. Výsledky sú vykreslené do grafov na obr. 28, 29 a 30, z ktorých je vidno, že so zvyšujúcim tlakom dusíka, sa charakterov grafov, pre trojice potenciálov ( $U_e$ ,  $U_b$ ,  $U_d$ ), nemení. Pričom pri tlaku  $1,26 \times 10^{-5}$  Pa, sa pre niektoré hodnoty potenciálov nedala dosiahnuť dostatočná emisia pri bezpečnom žeraviacom prúde, vid'. obr. 30 biele miesta na grafe.

Z nameraných hodnôt sa maximum nachádza približne pre hodnoty,  $U_e=200$  V,  $U_b=200$  V a  $U_d$  rovné 285 V. Pri týchto parametroch bolo dosiahnuté približne o 30% väčší kolektorový prúd, ako oproti nominálnym hodnotám.

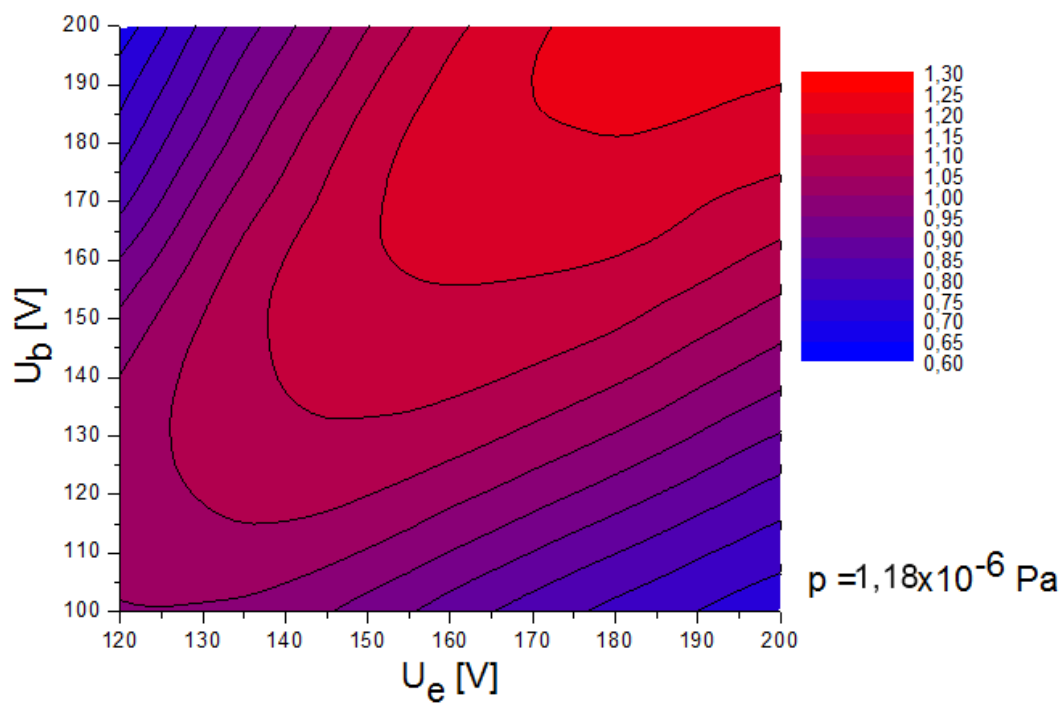
Tlak UHV24 [Pa]	Kolektor. prúd 3BG [A]	Citlivosť 3BG [Pa <sup>-1</sup> ]
$1,23 \times 10^{-7}$	$5,351 \times 10^{-12}$	0,086
$1,18 \times 10^{-6}$	$5,221 \times 10^{-11}$	0,089
$1,26 \times 10^{-5}$	$5,631 \times 10^{-10}$	0,089

Tab. 5 Namerané výsledky 3BG pre rôzne tlaky plynov.

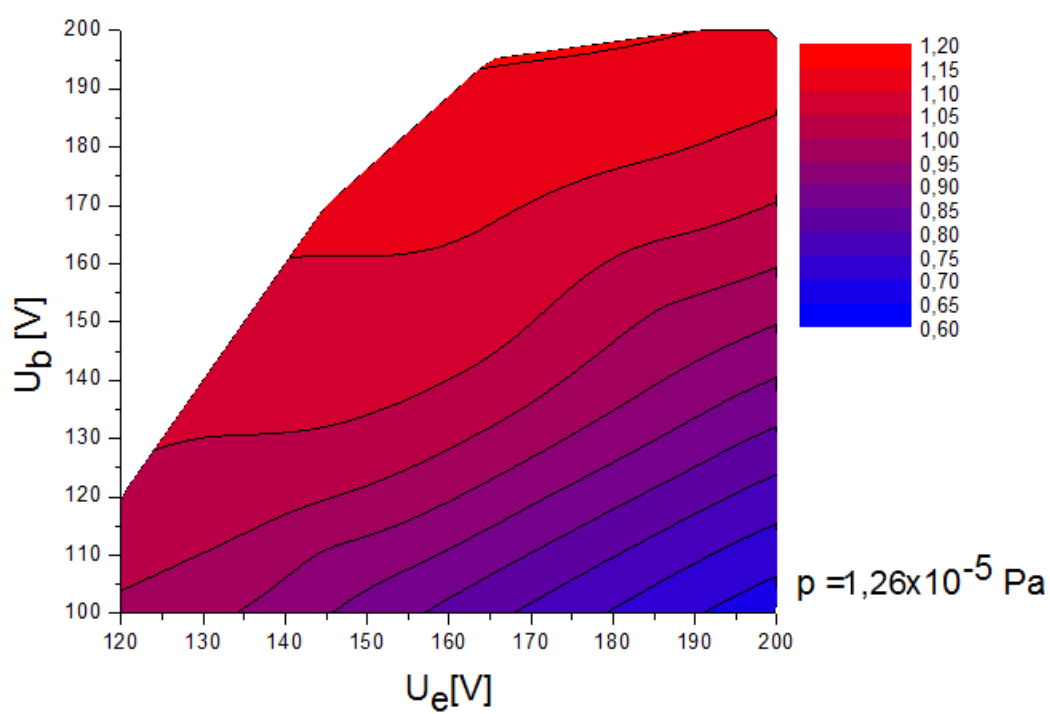
V tab. 5 „Citlivosť“ bola vypočítaná pomocou vzťahu 2.9b, za použitia tlaku údaju kalibrovaného ionizačného vákuometra UHV24. Výsledná citlivosť bola určená na hodnotu  $0,088 \text{ Pa}^{-1} \pm 0,001 \text{ Pa}^{-1}$ .



Obr.28 Graf závislostí kolektorového prúdu pri tlaku  $1,23 \times 10^{-7}$  Pa.



Obr.29 Graf závislostí kolektorového prúdu pri tlaku  $1,18 \times 10^{-6}$  Pa.



Obr.30 Graf závislostí kolektorového prúdu pri tlaku  $1,26 \times 10^{-5}$  Pa.

## E. Záver

Diplomová práca zahŕňa v sebe postupné kroky, ktoré vedú k výsledkom opisujúcim správanie 3BG. Začiatkom celého merania bolo zloženie prúdového a niekoľkých napäťových zdrojov a ich automatizácia, ktoré poslúžili k automatizácii merania, zadaného problému. Automatizácia prebiehala cez softvér Labview, kde s výhodou bola využitá veľká flexibilita tohto vývojového programovacieho prostredia, vhodného hlavne na tvorbu virtuálnych zariadení. Bol vytvorený komplexný softvér, ktorý bol tvorený so zámerom efektívneho merania a možnosťou doplnenia ďalších funkčných komponentov.

Po príprave vákuovej aparatury, odplynení a ustálení hraničného tlaku, bol kalibrovaný kontrolný ionizačný vákuometer UHV24. Na kalibráciu sme použili presný guľčkový vákuometer SRG-3. Tento vákuometer má dolnú meraciu hranicu  $\sim 10^{-5}$  Pa, preto kalibrácia prebiehala v oblasti vysokého vákua a následne z nameraných bodov, sa extrapoláciou určila závislosť medzi reálnym tlakom a hodnotou tlaku nameranou ionizačným vákuometrom UHV24, až do oblasti UHV. V ďalšom meraní sa použil vždy tlak vyhodnotený pomocou kalibrovaného UHV24.

Prvé meranie prebiehalo pri hraničnom tlaku aparatury, ktorý bol určený pomocou UHV24 na hodnotu  $2,19 \times 10^{-8}$  Pa. Zloženie zvyškovej atmosféry bolo predpokladané na vodík.

Namerané výsledky ukazujú, že optimálne hodnoty potenciálov na mriežke a odsadenia mriežky a katódy od zeme, smerujú stále k väčším hodnotám. Pri hodnotách  $U_e=200$  V,  $U_b=200$  V a  $U_d = 285$  V, bolo zaznamenané približne o 20 % väčší kolektorový prúd oproti nominálnym parametrom  $U_e=120$  V,  $U_b=100$  V a  $U_d = 155$  V, čo znamená, že nominálne hodnoty parametrov 3BG neboli zvolené optimálne.

Pri nájdení totálneho maxima kolektorového prúdu, sme boli limitovaní rozumnými parametrami potenciálov na 3BG, ktoré zabezpečujú bezporuchovú prevádzku vákuometra. Z týchto dôvodov, všetky merania prebiehali pri emisnom prúde 0,5 mA, pri ktorom sme neprekročili zvolenú prúdovú ochranu oxidovanej katódy 1,5 A, pri maximálnom potenciály na katóde 2,5 V. Zároveň voľbou vhodných

maximálnych potenciálov na elektródach sme zabezpečili chod vákuometra tak, aby sme sa nepriblížili k parametrom odplynovania.

Ďalšie meranie prebiehalo pri pripúšťaní aparatury čistým plynom dusíkom. Pre rôzne tlaky dusíka, kontrolované UHV24 vákuometrom, sme overovali správanie 3BG, pre rôzne tlaky plynu. Výsledky ukazujú, že pre každý tlak plynu sa maximum kolektorového prúdu nachádza pri väčších potenciáloch, ako sú nominálne. Pri hodnotách  $U_e = 200 \text{ V}$ ,  $U_b = 200 \text{ V}$  a  $U_d = 285 \text{ V}$  bol získaný o 30 % väčší kolektorový prúd, oproti nominálnym hodnotám.

Citlivosť 3BG vákuometra bola určená na hodnotu  $0,088 \text{ Pa}^{-1} \pm 0,001 \text{ Pa}^{-1}$  pre hodnoty  $U_e = 200 \text{ V}$ ,  $U_b = 200 \text{ V}$  a  $U_d = 285 \text{ V}$ . V porovnaní s nominálnou hodnotou  $0,071 \text{ Pa}^{-1}$  sa jedná o zvýšenie o 24 %.

Modelovanie správania častíc v objeme 3BG, bolo simulované pomocou softvéru SIMION 8. Po vymodelovaní jednotlivých elektród systému, sme mohli skúmať prechod iónov, vzniknutých v rozličných objemoch priestoru anódovej mriežky. Pri skúmaní iónov vzniknutých v objeme anódovej mriežky, bolo pozorované, ich priamočiare dopadanie cez deflektorovú časť na kolektor. Ióny vzniknuté pri koncoch mriežky boli vychyľované v porovnaní s objemovými iónmi o  $24^\circ$ , čo malo za následok menšiu pravdepodobnosť dopadnutia iónu na kolektor. Pričom je predpoklad, že tieto ióny sú prevažne ESD pôvodu. Touto simuláciou sa potvrdila domnienka v [5] o správaní ESD iónov a potlačení ESD javu, vďaka unikátnej geometrii 3BG vákuometra.

Celkovo výsledky ukazujú na neoptimálne nastavenie parametrov 3BG od jeho výrobcu, pričom sa našli lepšie parametre potenciálov na elektródach, pri nižšom zaťažení katódy, ktoré zodpovedajú lepšej citlivosti 3BG. Zároveň sa overilo unikátne riešenie potlačenia parazitných javov, čo predurčuje 3BG zaradiť sa do skupiny vákuometrov, schopných merať tlak v XHV oblasti.

## F. Zoznam použitej literatúry

- [1] R.N.Peacock, Vacuum gauges in **Foundations of vacuum science and technology**, editor J. M. Lafferty, John Wiley & Sons, Canada 1998
- [2] K. Jousten, Partial Pressure Vacuum Gauges and Leak Detectors, in **Handbook of Vacuum Technology**, Wiley - Black Well, Weinheim 2008
- [3] Ch. R. Tilford, **Reliability of high vacuum measurement**, J. Vac. Sci. Technol A1(2) Apr.-Jun 1983
- [4] P. A. Redhead, **UHV and xhv measurements**, Pergamon press, Magazine Vacuum, Volume 44, numbers 5-7, page 559 -564
- [5] F. Watanabe, **Bent Belt-Beam Gauge: Extending low-pressure measurements limits in a hot-cathode ionization vacuum gauge by combining multiple methods**, J. Vac. Sci. Technol A28(3) May/Jun 2010
- [6] Instruction manual, **UHV-24/UHV-24p Ionization Gauge**, July 2004, Agilent Technologies, Manual No. 699905505
- [7] F. Watanabe, **Comparative effects of gauge-wall materials on the outgassing rate of a hot-cathode ionization gauge**, J. Vac. Sci. Technol A11,432 May/Jun 1993
- [8] Instruction manual, **SRG-3 Spinnig Rotor Gauge System**, August 2012, MKS Instruments, Inc.
- [9] Instruction manual, **Helmer gauge and Helmer gauge control unit instruction manual**, July 1967

- [10] J. C. Helmer, **History and development of the UHV Helmer gauge as an analytic instrument**, Pergamon press, Vacuum, Vol. 51, Num. 1, pages 7 to 10/1998
- [11] L. Peksa, T. Gronych, M. Jeřáb, P. Řepa, M. Vičár, Z. Krajíček, D. Pražák, F. Staněk, J. Tesař, **Dynamic extension – A new principle for a vacuum primary standart for UHV-range ( $10^{-6} - 10^{-10}$  Pa) calibration of hot cathode ionization gauges**, Vacuum 85, page 1047-1051, March 2011
- [12] doc. RNDr. Eva Tomková, CSc., Elektronické jevy na hranici pevná látka – vakuum vyvolané zvýšením teploty, v **Fyzikální elektronika pevných látek**, vydavatelství Karolinum, Praha 1992
- [13] J. Groszkowski, **Technika vysokého vakua**, vydavatelství Nakladatelství technické literatury, Praha 1981